



TESIS-SK 142502

**DETEKSI GELATIN BABI DALAM *MARSHMALLOW*
MENGUNAKAN SENSOR *QUARTZ CRYSTAL*
MICROBALANCE (QCM) TERMODIFIKASI NiO
NANOPARTIKEL**

Diwasasri Pradini
NRP.1415 201 003

DOSEN PEMBIMBING
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN KIMIA ANALITIK
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017



TESIS-SK 142502

**DETECTION OF PORCINE GELATIN IN
MARSHMALLOW USING QUARTZ CRYSTAL
MICROBALANCE (QCM) SENSOR MODIFIED NiO
NANOPARTICLES**

Diwasasri Pradini
NRP.1415 201 003

SUPERVISOR
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

MASTER PROGRAM
DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Telah disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)
Di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:
DIWASASRI PRADINI
NRP. 1415 201 003

Tanggal Ujian : 29 Agustus 2017
Periode Wisuda: Maret 2018

Disetujui Oleh:

1. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si
NIP. 19740828 199802 1 001

(Pembimbing)

2. Suprpto, M.Si., Ph.D
NIP. 19720919 199802 1 002

(Penguji)


3. Prof. Mardi Santoso, Ph.D
NIP. 19650131 198910 1 001

(Penguji)

4. Lukman Atmaja, M.Si., Ph.D
NIP. 19610816 198903 1 001

(Penguji)

Dekan
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam


Prof. Dr. Basuki Widodo, M.Sc
NIP.19650605 198903 1 002

Deteksi Gelatin Babi dalam *Marshmallow* Menggunakan Sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) Termodifikasi NiO Nanopartikel

Nama Mahasiswa : Diwasasri Pradini
NRP : 1415 201 003
Dosen Pembimbing : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

ABSTRAK

Gelatin merupakan salah satu bahan makanan yang diperoleh melalui hidrolisis parsial kolagen melalui proses asam dan basa. Tampilan yang sangat mirip antara gelatin babi dan gelatin sapi membuat keduanya sulit dibedakan secara langsung. Hal ini menjadi faktor pendorong untuk dilakukan identifikasi terhadap jenis gelatin yang digunakan pada pembuatan produk makanan permen lunak *marshmallow*. Salah satu metode yang digunakan untuk mendeteksi gelatin babi adalah menggunakan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM). Pada penelitian ini, deteksi gelatin babi dilakukan menggunakan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) termodifikasi NiO nanopartikel. Gelatin babi dan gelatin sapi dapat terdeteksi berdasarkan nilai pergeseran yang dihasilkan saat dilakukan pengukuran menggunakan *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) termodifikasi NiO nanopartikel. Gelatin sapi memberikan nilai perubahan frekuensi yang negatif, sedangkan gelatin babi menghasilkan nilai pergeseran frekuensi positif. Demikian halnya dengan sampel *marshmallow* dengan gelatin babi dan *marshmallow* dengan gelatin sapi. *Marshmallow* dengan gelatin sapi memberikan nilai pergeseran frekuensi yang negatif sedangkan *marshmallow* dengan gelatin babi memberikan nilai pergeseran yang positif.

Kata kunci: gelatin, marshmallow, nikel oksida, nanopartikel, Quartz Crystal Microbalance (QCM)

Detection of Porcine Gelatin in *Marshmallow* Using *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) Sensor Modified NiO Nanoparticles

Name of student : Diwasasri Pradini
NRP : 1415 201 003
Supervisor : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

ABSTRACT

Gelatin is an important food ingredients obtained by partial hydrolysis of collagen from animal skins and bones through acidic and alkaline process. The similar appearance between porcine and bovine gelatin makes it difficult to differentiate directly and it raised awareness to identified gelatin that used in food production such as soft candy *marshmallow*. One of the method that used to detect porcine gelatin is *Quartz crystal microbalance* (QCM) sensor. In this sstudy, detection of porcine gelatin was carried out using *Quartz crystal microbalance* (QCM) sensor modified NiO nanoparticles. Both gelatin can be detected from the difference frequency shift. Bovine gelatin gives the negative frequency shift, while porcine gelatin gives the positive frequency shift. As for the marshmallow sample, it gives a negative frequency shift for the marshmallows contain bovine gelatin, while it gives a positive frequency shift for marshmallow added with porcine gelatin.

Keywords: gelatin, marshmallow, nickel oxide, nanoparticle, Quartz Crystal Microbalance (QCM)

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan kesempatan dan kemampuan pada penulis untuk menyelesaikan pengerjaan dan penulisan tesis yang berjudul “**Deteksi Gelatin Babi dalam Marshmallow Menggunakan Sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) Termodifikasi NiO Nanopartikel**”. Tulisan ini tidak akan terwujud tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak. Oleh Karena itu penulis ingin berterima kasih kepada:

1. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan motivasi serta masukan selama pengerjaan dan penulisan tesis.
2. Yatim Lailun Ni'mah, M.Si., Ph.D selaku dosen wali yang telah memberikan motivasi dan masukan selama menempuh perkuliahan program magister.
3. Prof. Mardi Santoso, Ph.D selaku Ketua Program Studi Magister Kimia FMIPA ITS.
4. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA ITS
5. Ibu, Bapak, dan adik beserta keluarga besar tercinta atas dukungan, semangat, dan doa yang selalu menyertai penulis dalam penyelesaian tesis.
6. Teman-teman *Tribe*, Vita Nur Iftitahiyah dan Ahmad Anwarud Dawam atas kebersamaan dan dukungannya.
7. Sangita Nindya Putri yang selalu memberikan motivasi dan semangat bagi penulis.
8. Teman-teman S2 Kimia 2015 atas kebersamaan dan dukungannya.
9. Teman-teman seperjuangan di Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik atas segala bantuan dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tesis ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga Tesis ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Surabaya, Agustus 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN JUDUL.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN TESIS	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI	7
2.1 Gelatin	7
2.1.1 Struktur Gelatin	7
2.1.2 Sifat fisika dan kimia gelatin.....	8
2.1.3 Pembuatan Gelatin	10
2.2 Kolagen.....	12
2.3 Sensor	13
2.4 <i>Quartz Crystal Microbalance (QCM)</i>	15
2.5 Elektrokimia	17
2.5.1 Sel Elektrolisis.....	17
2.5.2 Voltametri Siklik.....	18
2.6 Anilin.....	24
2.7 <i>Marshmallow</i>	26
2.8 Fourier Transform Infrared (FTIR)	27

2.9	Nikel	28
2.9.1	Nikel Hidroksida	28
2.9.2	Nikel Oksida.....	29
2.10	Nanopartikel	30
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....		33
3.1	Alat dan Bahan	33
3.1.1	Alat.....	33
3.1.2	Bahan.....	33
3.2	Prosedur Penelitian.....	33
3.2.1	Sintesis Ni(OH) ₂ Nanopartikel.....	33
3.2.2	Pembuatan Larutan Natrium Sitrat 0,3 M	34
3.2.3	Rancangan Alat	35
3.2.4	Pembuatan Sensor QCM	35
3.2.4.1	Pelapisan Polianilin.....	35
3.2.4.2	Pelapisan NiO Nanopartikel	36
3.2.5	Pembuatan Gelatin	36
3.2.6	Karakterisasi Gelatin	37
3.2.7	Pembuatan Blanko dan Larutan Stok Gelatin	37
3.2.8	Pengujian Sensor QCM.....	37
3.2.8.1	Sampel Gelatin Babi, Gelatin Sapi	37
3.2.8.2	Sampel marshmallow.....	37
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....		39
4.1	Sintesis Ni(OH) ₂ nanopartikel.....	39
4.2	Pembuatan sensor <i>Quartz crystal microbalance</i> (QCM)	41
4.2.1	Polimerisasi anilin	41
4.2.2	Pelapisan NiO nanopartikel.....	44
4.3	Pembuatan dan karakterisasi gelatin	46
4.3.1	Pembuatan gelatin	46
4.3.2	Karakterisasi gelatin.....	47
4.4	Uji kemampuan deteksi sensor QCM.....	48
4.4.1	Uji kemampuan sensor QCM tanpa modifikasi	49
4.4.2	Uji kemampuan sensor QCM termodifikasi polianilin (PANI)	50

4.4.3 Uji kemampuan sensor QCM termodifikasi polianilin (PANI)/NiO nanopartikel.....	51
4.4.3.1 Sampel murni gelatin.....	52
4.4.3.2 Sampel nyata <i>marshmallow</i>	54
4.4.3.2.1 Sampel <i>marshmallow</i> “Duck Marshmallow” (Chomp Chomp)	54
4.4.3.2.2 Sampel <i>marshmallow</i> “Marpoles” (Candy Marshmallow Poles)	56
4.4.3.2.3 Sampel <i>marshmallow</i> “Jet-Puffed” (Kraft)	57
4.4.3.2.4 Sampel <i>marshmallow</i> kemasan komersial.....	58
Marpoles (Candy Marshmallow Poles).....	60
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	61
5.1 Kesimpulan.....	61
5.2 Saran	61
DAFTAR PUSTAKA	63
LAMPIRAN	71
LAMPIRAN A : SKEMA KERJA	71
LAMPIRAN B: PERHITUNGAN.....	75
LAMPIRAN C: DATA KARAKTERISASI	77
BIODATA PENULIS	79

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur gelatin (Ge dkk., 2012).....	8
Gambar 2.2 Kekuatan gel sebagai fungsi dari konsentrasi gelatin (GMIA, 2012) .	9
Gambar 2.3 Titik leleh gelatin sebagai fungsi konsentrasi gelatin dengan nilai <i>bloom strength</i> rendah, sedang, dan tinggi (GMIA, 2012)	10
Gambar 2.4 Lempeng sensor <i>Quartz Crystal Microbalance (QCM)</i>	15
Gambar 2.5 Satu set alat <i>Quartz Crystal Microbalance (QCM)</i>	17
Gambar 2.6 Sel voltametri	19
Gambar 2.7 Sinyal eksitasi potensial vs waktu pada voltametri siklik	21
Gambar 2.8 Voltammogram siklik.....	22
Gambar 2.9 Siklik voltammogram untuk reaksi redoks dapat balik (<i>reversible</i>) $O + Ne^- \rightleftharpoons R$	23
Gambar 2.10 Voltammogram siklik untuk reaksi redoks tidak dapat balik (<i>irreversible</i>) (a) dan <i>quasi-reversible</i> (b)	24
Gambar 2.11 Struktur anilin.....	25
Gambar 2.12 Mekanisme reaksi polimerisasi anilin (Huang dan Kaner, 2006) ...	25
Gambar 2.13 <i>Marshmallow</i>	26
Gambar 2.14 Nikel(II) Hidroksida	29
Gambar 2.15 Nikel Oksida (NiO)	30
Gambar 3.1 Skema sel elektrolisis nanopartikel Ni(OH) ₂	34
Gambar 3.2 Rangkaian alat sensor <i>Quartz Crystal Microbalance (QCM)</i>	35
Gambar 3.3 Rangkaian alat polimerisasi anilin pada lempeng sensor QCM	36
Gambar 4.1 Perubahan warna pembentukan Ni(OH) ₂ nanopartikel pada: 5 menit (a); 30 menit (b); 1 minggu (c); 2 minggu (d)	40
Gambar 4.2 Skema modifikasi elektroda emas QCM dengan polianilin dan Ni(OH) ₂ nanopartikel	41
Gambar 4.3 Voltammogram polimerisasi anilin pada permukaan elektroda emas QCM pada rentang potensial -0,5 sampai +1,0 V, <i>scan rate</i> 50 mVs ⁻¹ (vs. Ag/AgCl) sebanyak 40 siklik	42

Gambar 4.4 Pengaruh pH elektropolimerisasi terhadap konduktivitas anilin (Hutapea, dkk., 2014)	43
Gambar 4.5 Termogram $\text{Ni}(\text{OH})_2$ (Budipramana, dkk., 2014).....	44
Gambar 4.6 Pengamatan mikroskop optik permukaan lempeng QCM: emas (A); emas-polianilin (B); emas-polianilin setelah kalsinasi 400 °C (C); emas-polianilin- $\text{Ni}(\text{OH})_2$ sebelum kalsinasi (D); setelah kalsinasi 400 °C (E)	46
Gambar 4.7 Spektra FTIR gelatin sapi dan gelatin babi	47
Gambar 4.8 Pergeseran frekuensi sampel murni: gelatin sapi (A) dan gelatin babi (B) pada uji sensor QCM tanpa modifikasi	50
Gambar 4.9 Pergeseran frekuensi sampel murni: Gelatin sapi (A) dan gelatin babi (B) pada uji sensor QCM termodifikasi polianilin (PANI) dengan suhu kalsinasi 400 °C	51
Gambar 4.10 Pergeseran frekuensi sampel murni: gelatin sapi (A) dan gelatin babi (B) pada uji sensor QCM termodifikasi PANI/ NiO nanopartikel ...	53
Gambar 4.11 Sampel <i>marshmallow</i> “Duck Marshmallow” (Chomp Chomp) dan komposisi nya (A); pergeseran frekuensi sampel pada uji QCM temodifikasi PANI/ NiO nanopartikel (B).....	55
Gambar 4.12 Sampel <i>marshmallow</i> “Magic Mallow” (Jolly Time) (A); pergeseran frekuensi sampel pada uji QCM temodifikasi PANI/ NiO nanopartikel (B)	57
Gambar 4.13 Sampel <i>marshmallow</i> “Jet-Puffed” (Kraft) (A); pergeseran frekuensi sampel pada uji QCM temodifikasi PANI/ NiO nanopartikel (B)....	58
Gambar 4.14 Sampel <i>marshmallow</i> kemasan (A); pergeseran frekuensi sampel pada uji QCM temodifikasi PANI/ NiO nanopartikel (B)	59

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Standar Mutu Gelatin Bersdsarkan SNI (SNI 06-3735-1995)	11
Tabel 2.2 Klasifikasi Tipe Kolagen (Silva dkk., 2014).....	12
Tabel 4.1 Komposisi logam nikel dari hasil XRF (Budipramana dkk., 2014).....	40
Tabel 4.2 Nilai hambatan (R) elektropolimerisasi anilin di berbagai pH (Hutapea, dkk., 2014).....	43
Tabel 4.3 Jenis gelatin dalam beberapa marshmallow komersial di Surabaya	60

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Gelatin merupakan protein larut air yang diperoleh sebagai hasil hidrolisis parsial kolagen dari kulit, tulang, dan jaringan ikat hewan. Proses pembuatan gelatin meliputi penentuan hidrolisis dengan proses asam atau proses basa, ekstraksi dengan suhu tinggi, sterilisasi, dan pengeringan (Demirhan dkk., 2012). Gelatin mengandung beberapa asam amino dengan jumlah yang banyak seperti glisin, prolin, dan hidroksiprolin (Lee dan Chin, 2016).

Umumnya gelatin banyak ditemukan dalam bentuk kapsul dan serbuk. Kemudahan dalam proses pembuatannya menjadikan gelatin sebagai material yang banyak digunakan di berbagai bidang seperti farmasi, fotografi, kosmetik, dan industri makanan (Hanani dkk., 2012). Pada bidang farmasi gelatin digunakan sebagai cangkang kapsul lunak maupun keras, pembuatan tablet, dan suplemen makanan. Pada industri makanan, gelatin berfungsi sebagai bahan pengemulsi (*emulsifier*), pembuat gel (*gelling agent*), penebal (*thickener*), dan stabilisator dalam pembuatan *marshmallow*, es krim, permen, *jelly*, dan pengolahan daging (Cai dkk., 2012).

Peranan gelatin yang cukup signifikan pada banyak bidang membuat gelatin kemudian diproduksi dalam jumlah yang banyak untuk memenuhi kebutuhan berbagai sektor industri. Berdasarkan survei yang telah dilakukan, produksi gelatin mencapai 326.000 ton tiap tahunnya, dengan bahan baku kulit babi (46%), sapi (29,4%), tulang (23,1%), dan bahan baku lainnya (1,5%) (Karim dan Bhat, 2009; Yilmaz dkk., 2013). Di Eropa sendiri, sekitar 80% gelatin diproduksi dari kulit babi (Demirhan dkk., 2012). Hal ini membuat beberapa golongan masyarakat seperti Muslim yang tidak diperbolehkan mengonsumsi babi menginginkan adanya pemberian label mengenai jenis gelatin yang digunakan pada makanan-makanan yang diproduksi (Grundy dkk., 2016).

Secara fisik, tampilan gelatin sapi sangat mirip dengan gelatin babi yang menyebabkan keduanya sulit dibedakan secara langsung. Ditambah lagi dengan masyarakat yang masih kurang memahami tentang tipe gelatin A dan gelatin B. Gelatin tipe A merupakan gelatin yang dihasilkan dengan proses hidrolisis asam dan bahan baku yang digunakan adalah kulit hewan muda seperti kulit babi. Sedangkan gelatin tipe B merupakan gelatin yang dihasilkan dengan proses hidrolisis basa dan bahan baku yang digunakan adalah kulit dan tulang dari hewan tua (Hastuti dan Sumpe, 2007). Namun yang sering terjadi adalah masyarakat menganggap produk-produk yang berlabel gelatin tipe B adalah produk-produk yang menggunakan gelatin babi. Faktor-faktor tersebut membuat para peneliti melakukan identifikasi dengan berbagai metode untuk membedakan gelatin sapi dan gelatin babi.

Beberapa studi telah dilaporkan mengenai metode-metode yang telah dilakukan untuk mendeteksi jenis gelatin baik gelatin sapi maupun gelatin babi. Metode presipitasi untuk mendeteksi jenis gelatin pernah dilakukan oleh Hidaka dan Liu (2003), dengan metode tersebut gelatin dapat dideteksi pada konsentrasi 0,5 mg/mL untuk gelatin yang berasal dari tulang sapi dan pada konsentrasi 4,0 mg/mL untuk gelatin yang berasal dari kulit babi. Selanjutnya deteksi gelatin dilakukan dengan uji protein menggunakan beberapa metode seperti *High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectroscopy* (HPLC-MS) oleh (Zhang dkk., 2008; Zhang dkk., 2009), *Enzyme-linked immunosorbent assay* (ELISA) (Venien dan Levieux, 2005; Doi dkk., 2009), dan *Polymerase Chain Reaction* (PCR) (Wolf dan Lüthy, 2001; Aida dkk., 2005; Demirhan dkk., 2012). Metode-metode tersebut dapat mendeteksi jenis gelatin dalam makanan akan tetapi masih memiliki beberapa kekurangan seperti analisis yang rumit, waktu operasional yang lama, biaya yang cukup tinggi, serta adanya kemungkinan protein yang telah terdenaturasi saat proses pembuatan makanan. Metode spektroskopi juga digunakan untuk mendeteksi jenis gelatin, seperti metode spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) seperti yang telah dilakukan (Hashim dkk., 2010; Rahmawati dkk., 2015; Cebi dkk., 2016). Namun, penggunaan metode spektroskopi dalam penentuan jenis gelatin memiliki kekurangan seperti data yang dihasilkan

tidak memberikan perbedaan yang signifikan. Deteksi gelatin babi kemudian dikembangkan menggunakan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM).

Penggunaan *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) sebagai sensor sudah banyak dikembangkan karena memiliki sensitivitas yang tinggi dan dapat digunakan pada suhu ruang. Selain itu operasional *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) juga mudah dan dapat memberikan hasil pengukuran yang cepat dan dapat dipantau secara langsung (*real time analysis*) (Casero dkk., 2010). Sensor untuk mendeteksi gelatin babi menggunakan *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) sebelumnya pernah dilakukan oleh Candle dan Kurniawan, (2016) serta Nugroho dan Kurniawan, (2015). Sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) yang dimodifikasi dengan melapiskan NiO nanopartikel pada permukaan elektroda emas QCM digunakan untuk mendeteksi gelatin babi pada sampel murni gelatin babi dan gelatin sapi.

Modifikasi elektroda dalam pembuatan sensor umumnya dilakukan untuk meningkatkan selektivitas dan sensitivitas sensor terhadap analit yang akan dideteksi. Berbagai modifikasi elektroda yang pernah dilakukan antara lain dilakukan oleh Kurniawan dkk., (2009) yang memodifikasi elektroda emas sebagai sensor deteksi glukosa, modifikasi elektroda emas dengan *multi wall carbon nanotubes* (MWCNT) sebagai sensor untuk penentuan propil galat pada minyak sayur (Vikraman dkk., 2013), dan modifikasi elektroda emas dengan polianilin dan enzim invertase untuk mendeteksi sukrosa (Fitriyana dan Kurniawan, 2015).

Pada deteksi gelatin babi menggunakan Sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) termodifikasi NiO nanopartikel, kedua jenis gelatin berhasil dibedakan melalui pergeseran nilai frekuensi yang dihasilkan dari pengujian yang dilakukan menggunakan sensor tersebut (Nugroho dan Kurniawan, 2015). Hal ini disebabkan adanya perbedaan kekuatan ikatan antara gelatin sapi dengan NiO nanopartikel dan gelatin babi dengan NiO nanopartikel. Namun pada penggunaan sensor tersebut belum dilakukan pada gelatin yang terdapat sampel makanan dimana terdapat zat-zat lain selain gelatin yang mungkin dapat mempengaruhi kerja sensor, misalnya gelatin dalam *marshmallow*.

Marshmallow merupakan suatu produk konfeksi makanan yang terdiri dari larutan gula dan bahan pengaerasi (*aerated agent*) seperti putih telur

ataupun gelatin (Lees dan Jackson, 1973; Fanek dkk., 2012). Pada mulanya nama *marshmallow* diberikan pada produk makanan manis bertekstur lembut seperti busa yang dibuat dengan menambahkan akar dari tanaman *marshmallow*, *Althaea Officinalis*. Akar tanaman tersebut bersifat liat dan lengket serta dapat membentuk gel ketika bercampur dengan air. Kini peranan tersebut digantikan oleh gelatin yang juga memiliki kemampuan yang sama serta lebih mudah didapatkan (Petkewich, 2010). Di Indonesia, *marshmallow* banyak beredar di pasaran dan masih merupakan produk impor. Hal ini kerap kali menimbulkan pertanyaan mengenai jenis gelatin yang digunakan, terlebih lagi di Indonesia yang mayoritas penduduknya Muslim.

Dalam penelitian ini dilakukan deteksi gelatin babi menggunakan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) termodifikasi NiO nanopartikel dalam *marshmallow*. Gelatin sapi dan gelatin babi mempunyai perbedaan komposisi asam amino penyusunnya, sehingga berat molekulnya juga berbeda (Hafidz dkk., 2011). Perbedaan komposisi asam amino pada kedua jenis gelatin tersebut dapat mempengaruhi kestabilan ikatan antara gelatin dengan materi di sekitarnya.

1.2 Rumusan Masalah

Penambahan gelatin pada makanan hingga saat ini terus dilakukan tanpa memberikan informasi mengenai jenis gelatin tersebut. Oleh karena itu perlu dilakukan uji untuk mengetahui jenis gelatin yang digunakan. Beberapa penelitian untuk mendeteksi gelatin babi sebelumnya telah dilakukan dengan berbagai metode termasuk menggunakan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) yang dimodifikasi menggunakan nanopartikel NiO. Sensor tersebut berhasil membedakan gelatin sapi dan gelatin babi secara signifikan dengan proses analisis yang cepat, mudah, dan memiliki sensitivitas yang tinggi. Pada penelitian ini dibuat sensor untuk mendeteksi gelatin babi dalam sampel makanan permen lunak *marshmallow* menggunakan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) termodifikasi NiO nanopartikel.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) termodifikasi nanopartikel NiO untuk mendeteksi gelatin babi dalam *marshmallow*.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi sebagai cara alternatif untuk mendeteksi adanya gelatin babi menggunakan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) termodifikasi NiO nanopartikel dalam beberapa jenis makanan yang beredar luas di masyarakat seperti permen lunak *marshmallow*.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

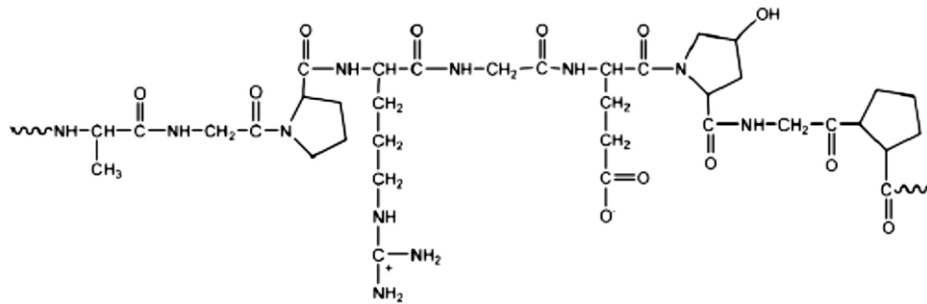
2.1 Gelatin

Gelatin merupakan suatu protein derivat yang larut dalam air, tidak berwarna (transparan), tidak berasa, dan diperoleh melalui hidrolisis parsial kolagen yang berasal dari kulit, tulang, maupun jaringan ikat pada hewan. Sumber bahan baku gelatin dapat berasal dari sapi (tulang dan kulit jangat), babi (hanya kulit), dan ikan (kulit) (Hastuti dan Sumpe, 2007). Konversi kolagen menjadi gelatin biasanya didasarkan pada pengaturan suhu saat ekstraksi yang bertujuan untuk mencegah denaturasi protein pada suhu tinggi. Gelatin umumnya diekstraksi pada suhu di atas 50 °C yang dinaikkan secara bertahap 55, 60, 70, 80 dan 90 °C dari awal reaksi sampai akhir reaksi secara berurutan (Baziwane dan He, 2007).

2.1.1 Struktur Gelatin

Seperti kolagen yang merupakan protein, gelatin juga tersusun atas molekul-molekul polipeptida yang kompleks dengan komposisi asam amino yang sama. Bila ditinjau dari strukturnya seperti pada gambar 2.1 gelatin merupakan makromolekul dengan berat molekul berkisar antara 20.000-200.000 Da. Terdapat 18 jenis asam amino yang ada pada gelatin, lima jenis yang paling banyak adalah glisin (26,4-30,5%), prolin (14,8-18%), hidroksiprolin (13,3-14,5%), asam glutamat (11,1-11,7%), dan alanin (8,6-11,3%). Sedangkan sisanya dari yang paling banyak hingga paling sedikit secara berurutan adalah arginin, asam aspartat, lisin, serin, leusin, valin, fenilalanin, threonin, isoleusin, hidroksilisin, histidin, metionin, dan tirosin (Keenan, 2000).

Gelatin terdiri dari urutan asam amino dengan tripeptida yang berulang, yaitu glisin-X-Y, dimana X-Y umumnya adalah prolin dan 4-hidroksiprolin yang membuat gelatin memiliki kemiripan sifat dengan kolagen, seperti gelatin bersifat elastis, lembut, dan dapat membentuk gel secara *thermoreversible* (Yilmaz dkk., 2013)



Gambar 2.1 Struktur gelatin (Ge dkk., 2012)

2.1.2 Sifat fisika dan kimia gelatin

Gelatin memiliki sifat fisika dan kimia yang berpengaruh terhadap mutu gelatin. Sifat fisika dan kimia gelatin meliputi:

1. Kemampuan untuk membentuk gel

Gelatin dapat membentuk gel secara *thermoreversible* ketika bereaksi dengan air. Butiran gelatin (*granule*) dengan konsentrasi tinggi (lebih dari 0,5%) yang dimasukkan ke dalam air dingin akan mengembang karena gelatin mampu menyerap air sebanyak 5-10 kali massanya. Hal ini menyebabkan viskositas larutan meningkat hingga kemudian membentuk gel. Saat dipanaskan pada suhu 30-40 °C, gelatin dalam bentuk gel akan larut membentuk larutan gelatin. Oleh karena itu gelatin dalam bentuk gel cenderung meleleh ketika dimakan (*melt in the mouth*) (Mariod dkk., 2013).

2. Kelarutan

Gelatin larut dalam air dan alkohol polihidrat seperti gliserol dan propilen glikol serta pelarut organik polar seperti asam asetat, trifluoroetanol, dan formamida. Sedangkan pada pelarut organik yang kurang polar seperti aseton, etanol, dan eter, gelatin tidak dapat larut.

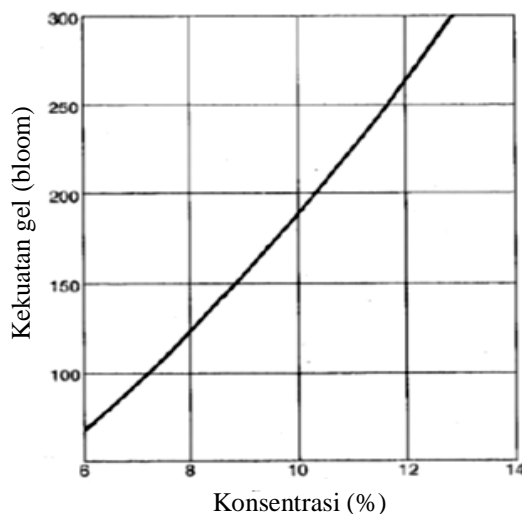
3. Sifat amfoter

Larutan gelatin bersifat amfoter, dapat bertindak sebagai asam ataupun basa. Sifat amfoter pada gelatin disebabkan oleh gugus fungsi asam amino pada asam amino terminal dan gugus fungsi karboksilat. Di dalam larutan asam, gelatin bermuatan positif dan bermigrasi sebagai kation, sedangkan di dalam larutan basa gelatin bermuatan negatif dan bermigrasi sebagai anion (Keenan, 2000). pH pada

titik *intermediate*, dimana total muatan adalah nol dan tidak ada perpindahan muatan yang terjadi, disebut dengan pH isoelektrik. Untuk gelatin tipe A memiliki pH isoelektrik antara 7-9. Pada gelatin tipe B memiliki kisaran pH isoelektrik yang lebih sempit yaitu 4,8 sampai 5,2 (GMIA, 2012).

4. Kekuatan gel

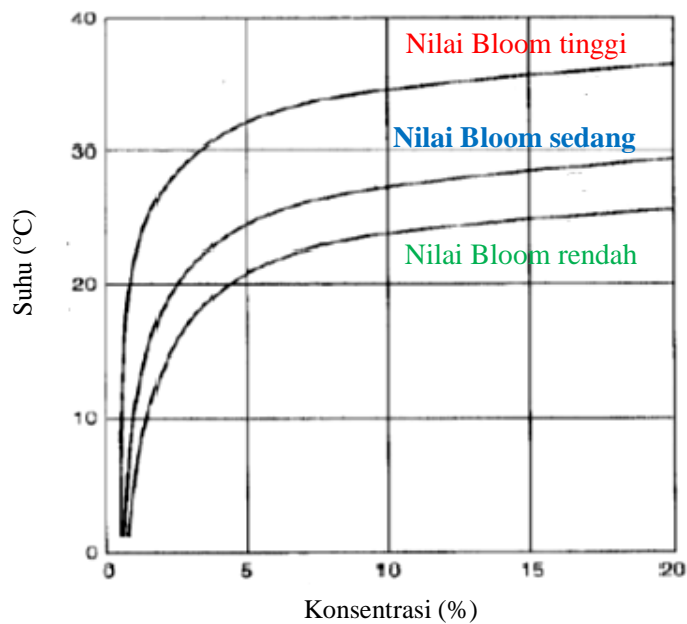
Kekuatan gel bergantung pada konsentrasi gelatin, pH, dan suhu. Kemampuan gelatin untuk membentuk gel merupakan salah satu sifat gelatin yang paling penting. Gelatin memiliki kemampuan untuk membentuk dan menstabilkan ikatan hidrogen dengan molekul air untuk membentuk gel yang stabil. Kekuatan gel juga dikenal dengan *bloom strength*. *Bloom strength* didefinisikan sebagai berat dalam satuan gram yang diberikan pada suatu permukaan gel dengan diameter 12,7 mm untuk menghasilkan lekukan sedalam 4 mm (Keenan, 2000). Pada gambar 2.2 ditunjukkan semakin besar konsentrasi gelatin maka kekuatan gel yang dihasilkan semakin tinggi.



Gambar 2.2 Kekuatan gel sebagai fungsi dari konsentrasi gelatin (GMIA, 2012)

Produk komersial umumnya memiliki kekuatan gel berkisar antara 50 sampai 300 bloom (gram) untuk setiap 6,67% konsentrasi gelatin (Baziwane dan He, 2007). Semakin tinggi nilai *bloom strength*, maka titik leleh nya makin tinggi

dan waktu yang dibutuhkan untuk membentuk gel semakin cepat. Hubungan antara konsentrasi gelatin, nilai *bloom strength*, dan titik leleh ditunjukkan pada gambar 2.3.



Gambar 2.3 Titik leleh gelatin sebagai fungsi konsentrasi gelatin dengan nilai *bloom strength* rendah, sedang, dan tinggi (GMIA, 2012)

5. Viskositas

Viskositas larutan gelatin dipengaruhi oleh konsentrasi, suhu, berat molekul, pH, zat aditif, dan pengotor. Viskositas gelatin meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi gelatin dan berkurangnya suhu. Penambahan garam dapat menyebabkan berkurangnya viskositas gelatin (GMIA, 2012).

2.1.3 Pembuatan Gelatin

Terdapat beberapa tahapan dalam proses pembuatan gelatin dari bahan baku sampai menjadi gelatin yang siap digunakan. tahapan-tahapan tersebut meliputi pencucian, ekstraksi, pemurnian, pemekatan konsentrasi, dan pengeringan (Johnston-Banks, 1990). Hidrolisis kolagen dalam pembuatan gelatin sendiri dibagi menjadi dua, yaitu hidrolisis asam dan hidrolisis basa.

Hidrolisis asam (proses asam) dilakukan untuk bahan baku yang berasal dari kulit babi, kulit ikan, dan kadang-kadang tulang. Bahan baku tersebut direndam dalam larutan asam seperti HCl selama beberapa hari kemudian dipanaskan dengan suhu awal 50 °C yang perlahan dinaikkan hingga mendidih. Hal ini bertujuan untuk mendenaturasi dan melarutkan kolagen hingga diperoleh gelatin. Gelatin yang dihasilkan dari proses asam disebut dengan gelatin tipe A yang memiliki pH isoelektrik antara pH 7-9 (Baziwane dan He, 2007).

Hidrolisis basa (proses basa) dilakukan untuk bahan baku yang berasal dari sapi. Mula-mula bahan baku tersebut direndam dalam larutan Ca(OH)_2 selama beberapa minggu atau beberapa bulan untuk memutus jaringan ikatnya. Selanjutnya bahan baku tersebut dinetralkan dengan penambahan asam dan dicuci untuk menghilangkan garam yang terbentuk (Mustollah, 2016). Gelatin yang dihasilkan dari proses basa disebut dengan gelatin tipe B yang memiliki pH isoelektrik dengan rentang yang lebih sempit yaitu 4-5 (Baziwane dan He, 2007). Terdapat beberapa hal yang perlu diperhatikan dalam pembuatan gelatin sehingga dapat menghasilkan gelatin dengan mutu yang baik. Di Indonesia sendiri pembuatan gelatin merujuk pada beberapa ketentuan yang sesuai dengan Standar Nasional Indonesia seperti yang ditampilkan pada tabel 2.1.

Tabel 2.1 Standar Mutu Gelatin Berdasarkan SNI (SNI 06-3735-1995)

Karakteristik	Syarat
Warna	Tidak berwarna
Bau, rasa	Normal (diterima konsumen)
Kadar air	Maks. 16%
Kadar abu	Maks. 3,25%
Logam berat	Maks. 50 mg/kg
Arsen	Maks. 2 mg/kg
Tembaga	Maks. 30 mg/kg
Seng	Maks. 100 mg/kg
Sulfit	Maks. 1000mg/kg

Gelatin banyak dimanfaatkan dalam berbagai industri dan pengolahan produk pangan. Pada industri farmasi, gelatin dimanfaatkan sebagai bahan pembuat kapsul. Dalam bidang fotografi gelatin digunakan sebagai pelapis film. Sedangkan pada proses pengolahan produk pangan, gelatin memiliki peran yang cukup penting seperti pada pembuatan es krim, gelatin berfungsi sebagai pembentuk *foam* dan stabilisator, sebagai pembentuk gel (*gelling agent*) pada pembuatan permen lunak (*jelly, marshmallow, taffy*, dan lain-lain), dan juga sebagai pembungkus makanan yang dapat dimakan (*edible coating*) (Poppe, 1992).

2.2 Kolagen

Kolagen adalah protein serat (*fibrous protein*) dengan jumlah hampir dari 30% total protein dalam tubuh sebagai komponen utama jaringan ikat pada kulit, tendon, tulang, dan kartilago.

Berdasarkan strukturnya, terdapat 28 tipe kolagen yang telah teridentifikasi, namun hanya tipe I-V yang paling dominan ditemukan dalam tubuh seperti yang dijelaskan dalam tabel 2.2 berikut ini.

Tabel 2.2 Klasifikasi Tipe Kolagen (Silva dkk., 2014)

Tipe kolagen	Keterangan
Tipe I	Tipe kolagen yang dijumpai pada tulang, kulit, dan tendon
Tipe II	Tipe kolagen yang merupakan komponen utama kartilago
Tipe III	Tipe kolagen yang terdapat pada <i>reticular fibers</i> ,
Tipe IV	Tipe kolagen yang dijumpai pada <i>basement membrane</i>
Tipe V	Tipe kolagen yang terdapat pada permukaan sel, rambut, dan plasenta

Molekul dasar pembentuk kolagen adalah tropokolagen, yang mempunyai struktur batang dengan berat molekul 300.000 dimana di dalamnya terdapat tiga rantai polipeptida yang sama panjang membentuk struktur heliks (Wong, 2017). Kolagen larut dalam larutan asam maupun basa, oleh karena itu gelatin dihasilkan dari hidrolis kolagen melalui proses asam maupun basa.

Molekul kolagen terdiri dari 3 rantai- α yang masing-masing terdiri dari kurang lebih 1.000 asam amino dan memiliki berat molekul sekitar 100 kDa. Ketiga rantai- α tersebut boleh jadi identik satu sama lain ataupun berbeda, tergantung pada jenis dan sumbernya. Setiap rantai- α membentuk struktur *left-handed helix*, kemudian ketiga rantai- α tersebut berikatan membentuk struktur *right-handed triple helix* yang dihubungkan dengan ikatan hidrogen (Liu dkk., 2015).

Pemanasan kolagen secara bertahap berakibat pada rusaknya struktur dan pemutusan rantai-rantai yang menyusun kolagen, membentuk lipatan-lipatan yang tidak memiliki struktur residual. Berat molekul, bentuk dan konformasi kolagen sensitif terhadap perubahan suhu yang dapat menghancurkan makromolekulnya. Proses denaturasi kolagen relatif lebih lambat dibandingkan dengan protein lainnya. Hal ini mungkin berhubungan dengan reaksi isomerisasi *cis-trans* pada prolin yang berlangsung sangat lambat (Wong, 2017).

2.3 Sensor

Menurut Hulanicki dkk., (1991) sensor merupakan alat yang mampu menangkap fenomena baik fisika maupun kimia untuk selanjutnya diubah menjadi sinyal listrik. Fenomena fisika yang mampu memberikan rangsang atau stimulus bagi sensor untuk menghasilkan sinyal elektrik antara lain suhu, tekanan, gaya, tegangan, maupun arus. Sedangkan fenomena kimia dapat berupa pH dan konsentrasi suatu zat kimia yang digunakan baik cairan maupun gas.

Sensor kimia memiliki dua komponen dasar yaitu reseptor dan *transducer*. Pada beberapa sensor juga dijumpai adanya separator, misalnya membran. Reseptor merupakan bagian dari sensor yang mengubah informasi kimia menjadi bentuk energi yang dapat diukur oleh *transducer*. *Transducer* nantinya akan mengubah energi yang membawa informasi kimia dari sampel menjadi sinyal analitik. *Transducer* pada sensor tidak bersifat selektif.

Reseptor pada sensor kimia dapat digolongkan menjadi tiga, yaitu:

1. Fisika, tidak ada reaksi kimia yang terjadi. Reseptor ini dapat dijumpai misalnya pada sensor yang berbasis pada pengukuran absorbansi, konduktivitas, perubahan massa dan suhu.
2. Kimia, terjadi reaksi kimia pada analit sehingga memberikan sinyal analitik.

3. Biokimia, sinyal analitik bersumber dari proses biokimia. Reseptor ini dapat dijumpai misalnya pada immunosensor. Sensor dengan reseptor jenis ini disebut juga dengan biosensor.

Suatu sensor memiliki beberapa karakteristik yang ditentukan dari kemampuan sensor dalam mengenali zat yang ingin dideteksi dengan baik. Kemampuan mendeteksi zat tersebut meliputi:

1. Sensitivitas

Sensitivitas adalah perubahan sinyal yang terukur per satuan konsentrasi zat. Sensor dengan sensitivitas yang tinggi mampu mendeteksi suatu zat tertentu dengan konsentrasi yang sangat kecil bila dibandingkan dengan konsentrasi zat lain di sekitarnya.

2. Selektivitas

Merupakan kemampuan suatu sensor untuk menyeleksi suatu zat yang ingin dideteksi dengan adanya pengaruh (*interference*) dari zat lain di sekitarnya.

3. Waktu respon dan waktu *recovery*

Waktu respon adalah waktu yang dibutuhkan sensor untuk mengenali zat yang dideteksinya. Sementara waktu *recovery* adalah waktu yang dibutuhkan sensor untuk kembali ke keadaan awal (*initial value*) setelah digunakan. Semakin cepat waktu respon dan waktu *recovery* maka semakin baik sensor tersebut.

4. Stabilitas dan daya tahan

Stabilitas merupakan kemampuan sensor untuk memberikan hasil yang sama secara konsisten pada periode waktu tertentu. Sedangkan daya tahan menunjukkan seberapa lama sensor tersebut dapat digunakan secara kontinyu.

(Bochenkov dan Sergeev, 2010)

Sensor kimia dapat digolongkan dalam beberapa jenis berdasarkan prinsip kerja *transducer* nya, yaitu:

1. Sensor optis; yaitu sensor yang mendeteksi fenomena-fenomena optis, seperti absorbansi, reflektansi, luminesensi, fluoresensi, indeks refraksi, efek optothermal, dan hamburan cahaya.
2. Sensor elektrokimia; yaitu sensor yang mendeteksi interaksi elektrokimia antara analit dan elektroda. Sensor ini dapat dibedakan menjadi sensor

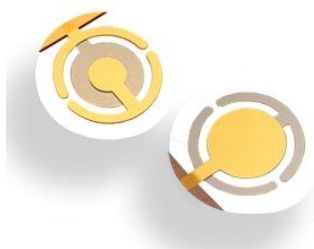
voltametrik, potensiometrik, transistor efek medan tersensitisasi kimia, dan sensor gas elektrolit padat potensiometrik.

3. Sensor listrik; yaitu sensor yang mendeteksi fenomena-fenomena kelistrikan, contohnya semikonduktor logam oksida, semikonduktor organik, sensor konduktivitas elektrolitik, dan sensor permitivitas listrik.
4. Sensor magnetik; yaitu sensor yang mendeteksi perubahan sifat paramagnetik bahan.
5. Sensor termometrik; yaitu sensor yang mendeteksi perubahan panas akibat reaksi kimia.
6. Sensor massa; yaitu alat yang mengubah informasi perubahan massa pada permukaan yang khusus termodifikasi menjadi informasi tentang perubahan sifat-sifat bahan, dimana perubahan massa disebabkan oleh analit yang terakumulasi. Contoh sensor jenis ini adalah sensor piezoelektrik dan gelombang akustik permukaan.

(IUPAC, 1991)

2.4 *Quartz Crystal Microbalance (QCM)*

Quartz Crystal Microbalance (QCM) merupakan suatu osilator mekanik yang terdiri dari kristal kuarsa (Quartz) yang memiliki bentuk potongan-AT (*AT-cut crystal*) dengan elektroda logam yang terlapis pada kedua sisinya. Gambar 2.4 merupakan lempeng *Quartz Crystal Microbalance (QCM)* yang terlapis logam emas di kedua sisinya yang berfungsi sebagai elektroda. Berdasarkan prinsip kerja *transducer*, *Quartz Crystal Microbalance (QCM)* termasuk pada jenis sensor massa dengan kemampuan mendeteksi perubahan massa berdasarkan perubahan frekuensi material piezoelektrik, dalam hal ini adalah kristal kuarsa.



Gambar 2.4 Lempeng sensor *Quartz Crystal Microbalance (QCM)*

Piezoelektrisitas merupakan prinsip dasar dari QCM. Pada tahun 1880, fenomena piezoelektrik ditemukan oleh Jacques Curie dan Pierre Curie dan pertama kali dimanfaatkan sebagai sonar pada kapal laut untuk mendeteksi kedalaman laut. Material-material piezoelektrik pada umumnya merupakan material-material asentrik seperti *Rochelle salt*, *tourmaline* dan kuarsa. Ketika material tersebut diberi tekanan maupun regangan, maka material tersebut akan menghasilkan muatan listrik, keadaan ini disebut dengan efek piezoelektrik (*piezoelectric effect*). Sedangkan ketika sejumlah muatan listrik diberikan pada suatu material, kemudian material tersebut merenggang ataupun merapat (deformasi), hal ini disebut dengan *converse piezoelectric effect*. Sifat inilah yang dimanfaatkan untuk menghasilkan resonansi listrik-mekanik, sehingga kristal akan bergetar pada frekuensi alami tertentu jika diberi listrik. Frekuensi alami ini ditentukan oleh potongan, ukuran dan bentuk, serta massa dari keping kristal.

Pada tahun 1959, Sauerbrey mengemukakan adanya korelasi antara perubahan frekuensi dengan perubahan massa pada material piezoelektrik. Hasil penemuan ini diwujudkan dalam persamaan Sauerbrey berikut ini:

$$\Delta f = -C \cdot \Delta m \quad (2.1)$$

dimana:

- Δf = perubahan frekuensi yang teramati (Hz)
- C = faktor sensitifitas kristal ($56,6 \text{ Hz } \mu\text{g}^{-1} \text{ cm}^2$ untuk 5 MHz kristal kuarsa *AT-cut* pada suhu kamar)
- Δm = perubahan massa per satuan luas (g/cm^2)

(SRS, 2011).

Dari penemuan ini kemudian dikembangkan suatu alat yang disebut *Quartz Crystal Microbalance (QCM)* dengan kristal kuarsa dengan jenis potongan-AT (*AT-cut crystal*) sebagai material piezoelektrik. Jenis potongan-AT dipilih karena memiliki beberapa keuntungan diantaranya tingkat sensitifitas kristal terhadap perubahan suhu yang tidak terlalu baik sehingga tidak sampai mengganggu pengukuran (Casero dkk., 2010). Saat akan digunakan untuk pengukuran, lempeng *Quartz Crystal Microbalance (QCM)* dipasang pada *crystal holder* dan selanjutnya dirangkai pada *mainboard* seperti pada gambar 2.5 berikut ini.



Gambar 2.5 Satu set alat *Quartz Crystal Microbalance (QCM)*

2.5 Elektrokimia

Elektrokimia adalah ilmu yang mempelajari hubungan antara energi listrik dengan reaksi kimia. Ketika sejumlah arus listrik dengan beda potensial tertentu dilewatkan pada elektroda dalam larutan elektrolit sehingga menghasilkan reaksi kimia tertentu, peristiwa ini disebut elektrolisis. Sistem elektrokimia meliputi sel elektrokimia dan reaksi elektrokimia. Sel elektrokimia yang menghasilkan listrik karena terjadinya reaksi kimia secara spontan disebut sel Galvani. Sedangkan sel elektrokimia yang membutuhkan arus listrik dari luar sistem untuk dapat melakukan reaksi kimia disebut sel elektrolisis. Reaksi kimia yang terjadi pada sel elektrolisis berlangsung secara tidak spontan.

Sel elektrokimia terdiri dari dua elektroda yang umumnya adalah konduktor logam. Kedua elektroda tersebut dicelupkan ke dalam larutan elektrolit dan dihubungkan dengan sumber arus listrik. Kedua elektroda tersebut berperan sebagai katoda dan anoda. Katoda merupakan tempat berlangsungnya reaksi reduksi, sedangkan reaksi oksidasi terjadi pada anoda (Wang, 2006).

2.5.1 Sel Elektrolisis

Sel elektrolisis adalah sel elektrokimia yang membutuhkan bantuan arus listrik dari luar sistem untuk melakukan reaksi kimia. Pada sel elektrolisis, katoda bertindak sebagai elektroda negatif dan anoda sebagai elektroda positif. Ketika sejumlah arus dari luar sistem diberikan pada elektroda, ion-ion di dalam larutan elektrolit akan tertarik menuju elektroda dengan muatan yang berbeda, kemudian

terjadi transfer muatan atau yang disebut reaksi redoks. Beberapa contoh penggunaan sel elektrolisis, yaitu:

1. Elektrosintesis

Suatu metode sintesis yang menggunakan reaksi elektrolisis untuk memperoleh suatu produk tertentu. Misalnya pada MnO_2 untuk baterai alkaline yang diperoleh dari hasil elektrosintesis MnSO_4 dalam H_2SO_4 sebagai elektrolit dengan grafit sebagai anoda.

2. Elektroanalisis

Metode analisis kimia menggunakan sel elektrolisis seperti voltametri, potensiometri, dan polarografi.

3. Proses kloro-alkali

Proses elektrolisis air laut (NaCl) dalam suatu sel membran dan dihasilkan gas klorin (Cl_2), soda api (NaOH) dan gas hidrogen (H_2).

2.5.2 Voltametri Siklik

Voltametri merupakan salah satu metode analisis kimia yang mengukur arus sebagai fungsi potensial. Suatu sel voltametri terdiri dari elektroda dan larutan elektrolit yang diperlukan untuk mempertahankan konduktivitas yang cukup lama dalam larutan. Contoh sel voltametri ditunjukkan oleh gambar 2.6.

Pada voltametri umumnya digunakan tiga buah elektroda, yaitu elektroda kerja (*working electrode*), elektroda pembanding (*reference electrode*), dan elektroda bantu (*auxiliary electrode*). Elektroda kerja adalah tempat dimana terjadinya reaksi reduksi-oksidasi oleh karena itu elektroda kerja ini harus mempunyai nilai potensial yang terkontrol dan mampu memfasilitasi transfer muatan dari dan menuju analit. Material yang biasanya digunakan untuk elektroda kerja adalah emas (Au), karbon (C), dan perak (Ag). Pada sel voltametri elektroda kerja diletakkan berdekatan dengan elektroda pembanding. Elektroda pembanding adalah elektroda yang telah diketahui nilai potensial setengah sel reduksi nya, nilainya dibuat konstan selama pengukuran, dan tidak bergantung terhadap analit yang akan diukur. Terdapat dua jenis elektroda pembanding, yaitu:

1. Elektroda pembanding primer

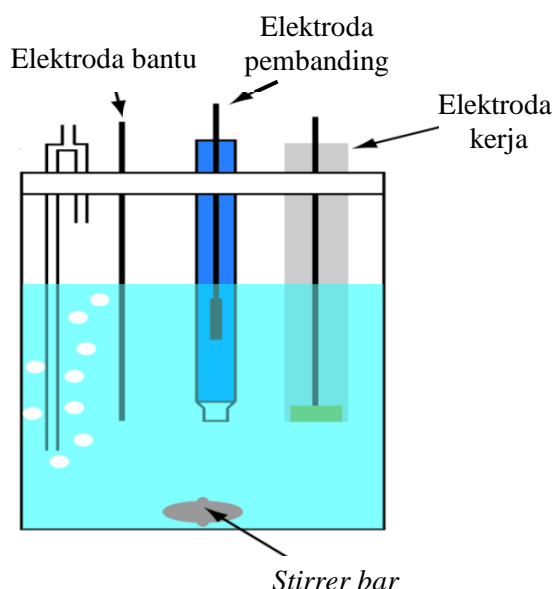
Elektroda pembanding primer adalah hidrogen (H_2) (*standard hydrogen electrode, SHE*) dengan nilai potensial reduksi standar nol. Elektroda ini terbuat dari platina hitam yang bertujuan agar penyerapan gas hidrogen pada permukaan elektroda dapat maksimal.



Elektroda hidrogen standar jarang digunakan dalam analisis karena penanganan gas hidrogen yang cukup sulit.

2. Elektroda pembanding sekunder

Elektroda pembanding sekunder ada dua macam, yaitu elektroda kalomel (*saturated calomel electrode/ Hg_2Cl_2*) dan $Ag/AgCl$. Elektroda kalomel terbuat dari tabung gelas dengan panjang ± 10 cm dan diameter 0,5-1 cm kemudian dicelupkan ke dalam air raksa yang kontak dengan lapisan pasta Hg/Hg_2Cl_2 pada tabung bagian dalam yang berisi Hg , Hg_2Cl_2 , dan dicelupkan dalam larutan KCl jenuh melalui jembatan garam.



Gambar 2.6 Sel voltametri

Penggunaan elektroda kalomel sudah jarang digunakan dan digantikan dengan elektroda Ag/AgCl. Elektroda Ag dicelupkan dalam larutan KCl dan dijenuhkan dengan AgCl.

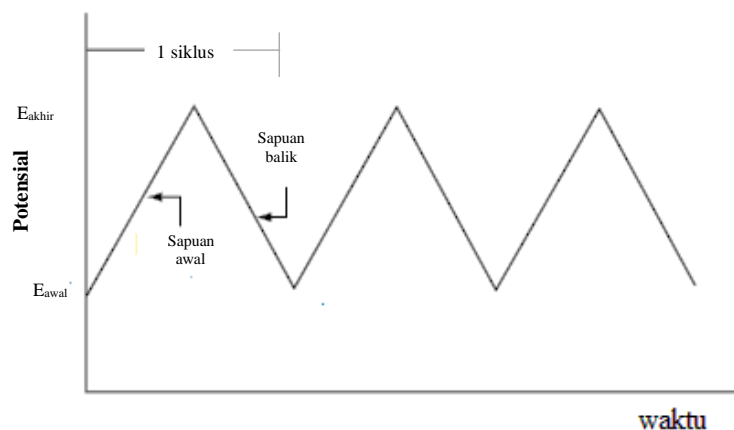


Keseluruhan reaksi yang terjadi dapat ditulis sebagai:



Jika dibandingkan dengan elektroda kalomel, elektroda Ag/AgCl lebih unggul dalam analisis pada suhu tinggi. Namun elektroda ini memiliki kecenderungan untuk bereaksi dengan analit membentuk kompleks perak yang tidak larut. Adanya kompleks perak yang terbentuk berpotensi menyumbat jembatan garam yang menghubungkan larutan dengan elektroda. Nilai potensial dari elektroda kerja yang terbaca kemudian dibandingkan dengan nilai potensial elektroda pembanding. Dalam sel voltametri juga digunakan elektroda bantu yang berfungsi untuk mengalirkan semua arus yang dibutuhkan pada elektroda kerja sehingga reaksi redoks dapat berjalan terus. Elektroda bantu yang umumnya digunakan adalah Platina (Pt), karbon (C), dan emas (Au).

Diantara berbagai jenis voltametri, voltametri siklik adalah yang paling banyak digunakan untuk memperoleh informasi mengenai reaksi elektrokimia. Voltametri siklik merupakan teknik voltametri dimana arus diukur selama penyapuan (*scanning*) potensial elektroda kerja secara linear, dimulai dari potensial awal yang diberikan menuju potensial akhir dan kembali lagi ke potensial awal dengan kondisi analit tanpa pengadukan (*unstirred*) (Wang, 2004). Metode voltametri siklik ini dapat diilustrasikan melalui suatu segitiga potensial yang berbentuk seperti gelombang pada gambar 2.7 berikut ini.

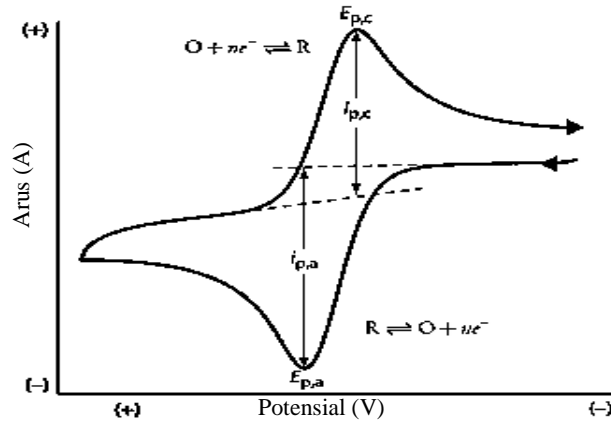


Gambar 2.7 Sinyal eksitasi potensial vs waktu pada voltametri siklik

Berdasarkan gambar tersebut, *scanning* dimulai dari nilai potensial awal yang terus meningkat hingga mencapai maksimum (potensial akhir) kemudian turun secara linier dengan nilai kemiringan yang sama sampai kembali ke potensial awal. *Scanning* dapat dimulai dari nilai potensial yang lebih tinggi ke nilai potensial yang lebih rendah (*scanning* secara negatif/reaksi reduksi) maupun sebaliknya dari potensial yang lebih rendah ke potensial yang lebih tinggi (*scanning* secara positif/reaksi oksidasi). Siklus ini dapat berulang sesuai dengan jumlah sapuan dan laju sapuan yang diinginkan. Selama *scanning* potensial berlangsung, arus yang dihasilkan oleh elektroda kerja akan diukur sehingga dihasilkan suatu voltammogram siklik dengan arus sebagai fungsi potensial seperti pada gambar 2.8.

Ketika potensial bergerak ke arah yang semakin positif maka reaksi oksidasi akan terjadi, menghasilkan arus yang disebut dengan arus anodik (I_a). Potensial terus bergerak ke arah positif hingga pada suatu nilai dimana seluruh substrat pada permukaan elektroda telah teroksidasi, hal ini disebut potensial puncak anodik (E_{pa}) dan arus yang dihasilkan saat kondisi tersebut disebut arus puncak anodik (I_{pa}). Setelah mengalami pergantian (*switching*) potensial, *scanning* potensial kembali ke arah negatif sehingga reaksi reduksi akan terjadi, menghasilkan arus yang disebut dengan arus katodik (I_c). Potensial terus bergerak ke arah negatif hingga pada suatu nilai dimana seluruh substrat pada permukaan

elektroda telah tereduksi, hal ini disebut potensial puncak katodik (E_{pc}) dan arus yang dihasilkan saat kondisi tersebut disebut arus puncak katodik (I_{pc}).



Gambar 2.8 Voltammogram siklik

Dengan teknik voltametri siklik, dapat diketahui jika reaksi reduksi-oksidasi dari suatu analit bersifat dapat balik (*reversible*) atau tidak dapat balik (*irreversible*). Reaksi yang bersifat *reversible* memberikan hasil voltammogram yang berbeda dengan reaksi yang bersifat *irreversible*.

1. Reaksi dapat balik (*reversible*)

Arus puncak pada sistem *reversible* mengikuti persamaan Randles-Sevcik berikut ini:

$$i_p = (2,69 \times 10^5) n^{3/2} A C D^{1/2} v^{1/2} \quad (2.7)$$

dimana:

n = jumlah electron

A = luas elektroda (cm^2)

C = konsentrasi (mol/cm^3)

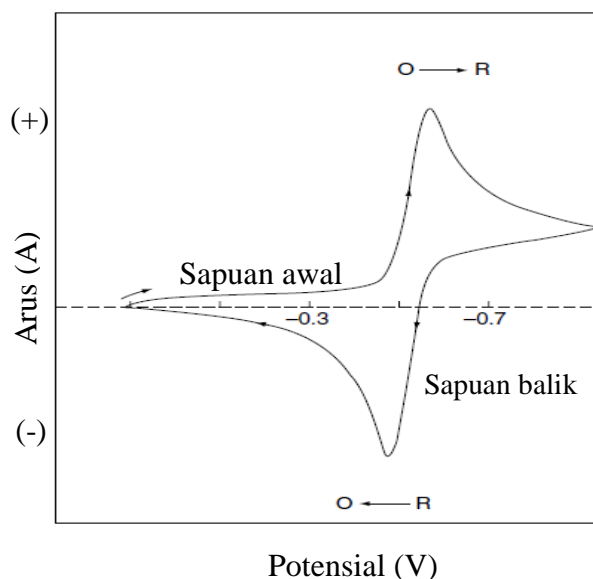
D = koefisien difusi (cm^2/s)

v = laju sapuan potensial (*scan rate*) (V/s)

Pada reaksi *reversible*, arus yang dihasilkan berbanding lurus dengan akar kuadrat *scan rate* (linear) sedangkan nilai arus puncak anodik (I_{pa}) dibanding nilai arus

puncak katodik (I_{pc}) adalah 1. Contoh voltammogram untuk reaksi redoks dapat balik (*reversible*) ditunjukkan oleh gambar 2.9.

$$\frac{i_{pa}}{i_{pc}} = 1 \quad (2.8)$$



Gambar 2.9 Siklik voltammogram untuk reaksi redoks dapat balik (*reversible*) $O + Ne^- \rightleftharpoons R$

Puncak potensial (E_p) berkaitan dengan nilai potensial reduksi standar (E^0) yang dinyatakan dengan persamaan:

$$E^0 = \frac{E_{pa} + E_{pc}}{2} \quad (2.9)$$

$$\Delta E_p = E_{pa} - E_{pc} = \frac{0,059}{n} V \quad (2.10)$$

Perbedaan nilai potensial (ΔE_p) dapat digunakan untuk menentukan jumlah transfer elektron, sesuai dengan persamaan Nernst.

2. Reaksi tidak dapat balik (*irreversible*) dan *Quasi-reversible*

Voltammogram dari reaksi *irreversible* menghasilkan puncak oksidasi yang bergerak ke arah potensial lebih positif dan puncak reduksi yang bergerak ke arah potensial yang lebih negatif. Gambar 2.10 merupakan contoh voltammogram untuk reaksi redoks yang bersifat *irreversible* maupun *quasi-reversible*. Puncak potensial diberikan dengan persamaan:

$$E_p = E^0 - \frac{RT}{\alpha n_a F} \left[0,78 - \ln \frac{k^0}{D^{1/2}} + \ln \left(\frac{\alpha n_a F}{RT} \right)^{1/2} \right] \quad (2.11)$$

$$E_p > E^0 \quad (2.12)$$

dimana:

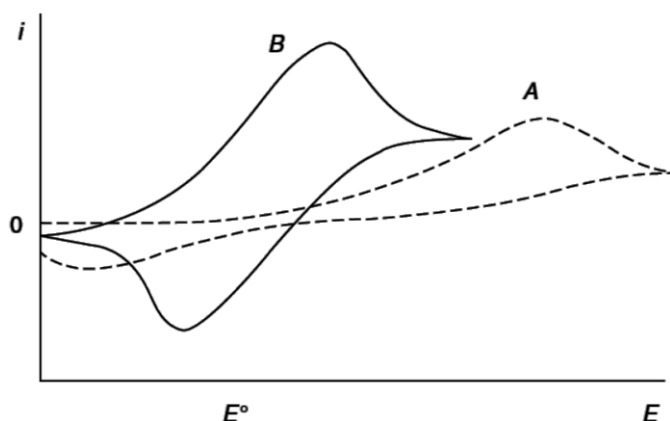
α = koefisien transfer

n_a = jumlah elektron yang terlibat saat transfer muatan

Sedangkan arus puncak anodik (I_{pa}) dibanding arus puncak katodik (I_{pc}) tidak bernilai 1 seperti pada reaksi *reversible*.

$$i_p = (2,99 \times 10^5) n (\alpha n_a)^{1/2} A C D^{1/2} v^{1/2} \quad (2.13)$$

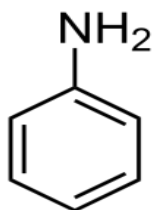
$$\frac{i_{pa}}{i_{pc}} \neq 1 \quad (2.14)$$



Gambar 2.10 Voltammogram siklik untuk reaksi redoks tidak dapat balik (*irreversible*) (a) dan *quasi-reversible* (b)

2.6 Anilin

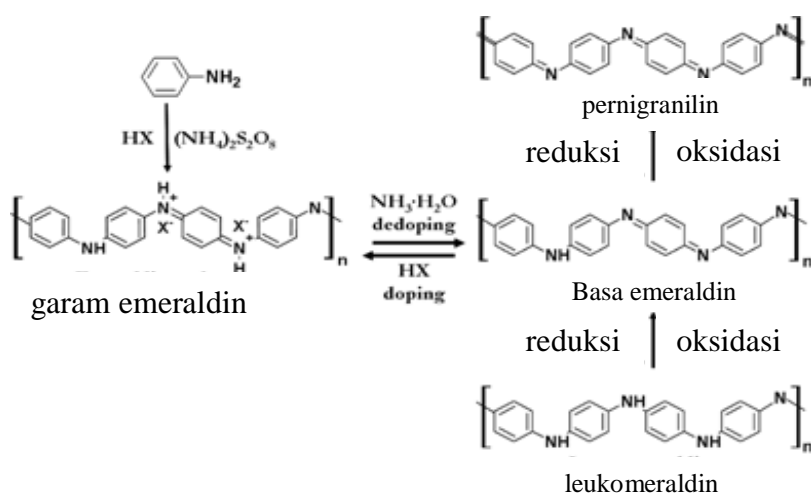
Anilin merupakan senyawa organik dengan rumus kimia $C_6H_5NH_2$, juga biasa disebut aminobenzena atau benzenamina. Anilin berwujud cair dan berbau menyengat, dengan oligomernya berwarna kecoklatan dan mempunyai titik didih $184,1^\circ C$ (MSDS, 2013). Struktur anilin seperti yang ada pada gambar 2.11. Ketika dilakukan proses pemurnian (destilasi), anilin yang semula dalam bentuk oligomer berwarna coklat akan berubah menjadi bentuk monomernya yang tidak berwarna.



Gambar 2.11 Struktur anilin

Anilin dapat membentuk polianilin yang merupakan polimer konduktif apabila diberi perlakuan berupa voltametri siklik dengan pH tertentu (Fitriyana dan Kurniawan, 2015). Polimer konduktif juga dapat digunakan untuk menempelkan bahan aktif sensor terhadap substrat tertentu.

Polianilin adalah polimer konduktif yang paling sering digunakan. Hal ini disebabkan oleh beberapa kelebihan yang dimiliki polianilin, antara lain sifatnya yang stabil pada suhu tinggi (sekitar 250-350°C), mudah dibuat, serta reaksi reduksi-oksidasi yang *reversible* (Hutapea dkk., 2014). Gambar 2.12 menjelaskan mekanisme reaksi polimerisasi anilin.



Gambar 2.12 Mekanisme reaksi polimerisasi anilin (Huang dan Kaner, 2006)

Dalam reaksi polimerisasi ini terdapat tiga bentuk polianilin teroksidasi, yaitu *leucoemeraldine*, *emeraldine*, dan *pernigraniline*. *Leucoemeraldine* berwarna putih sampai tidak berwarna dan bentuk polianilin saat tereduksi sempurna. Bentuk kedua adalah *emeraldine*, yaitu keadaan dimana polianilin teroksidasi sebagian.

Emeraldine berwarna hijau untuk garam *emeraldine* dan biru untuk *emeraldine* basa. Ketika polianilin telah teroksidasi sempurna, maka warna nya akan berubah menjadi ungu. Polianilin pada keadaan ini disebut dengan *pernigraniline*.

2.7 *Marshmallow*

Marshmallow merupakan suatu produk konfeksi makanan yang terdiri dari larutan gula dan bahan pengaerasi (*aerated agent*) seperti putih telur ataupun gelatin (Lees dan Jackson, 1973; Fanek dkk., 2012). Pada awalnya nama *marshmallow* diberikan pada produk makanan manis bertekstur lembut seperti busa yang dibuat dengan menambahkan akar dari tanaman *marshmallow*, *Althaea Officinalis*. Akar tanaman tersebut bersifat liat dan lengket serta dapat membentuk gel ketika bercampur dengan air. Kini peranan tersebut digantikan oleh gelatin yang juga memiliki kemampuan yang sama serta lebih mudah didapatkan (Petkewich, 2006). Gambar 2.13 berikut merupakan contoh *marshmallow* yang beredar di masyarakat.



Gambar 2.13 *Marshmallow*

Dua komponen yang paling utama pada *marshmallow* adalah udara dan kelembapan dari produk yang dihasilkan. Udara berperan dalam meningkatkan volume dan menghasilkan tekstur yang baik. Kelembapan pada produk *marshmallow* merupakan yang paling tinggi diantara semua produk konfeksi, dan hal ini mempengaruhi bentuk cetakan yang dapat berubah. Tingkat kelembapan yang tinggi membuat udara dalam volume yang besar dapat

ditambahkan serta dapat mengontrol viskositas produk yang dihasilkan (Lees dan Jackson, 1973).

Sekitar 1,5% gelatin digunakan pada komposisi pembuatan *marshmallow* untuk menghindari proses kristalisasi gula sehingga dihasilkan produk yang lembut dan mudah dibentuk (Keenan, 2000). Selain itu gelatin juga berfungsi sebagai agen pengocok. Pengocokan atau aerasi bertujuan untuk meningkatkan volume (menurunkan densitas) yang memungkinkan untuk mengubahnya menjadi busa dengan memasukkan gelembung udara, meningkatkan sifat viskositas (kekentalan), dan menghasilkan perubahan karakteristik sensori, seperti tekstur yang halus, rasa manis, dan sedikit lengket (Sartika, 2009).

Marshmallow komersial umumnya dapat bertahan antara 20 sampai 40 minggu, tergantung dari suhu dan kelembapan tempat penyimpanan (Tan dan Lim, 2008; Fanek dkk., 2012). Kualitas *marshmallow* dapat mengalami penurunan yang disebabkan oleh beberapa faktor seperti terjadinya kristalisasi gula yang menyebabkan produk menjadi keras karena hilangnya kelembapan. (Lees dan Jackson, 1973; Tan dan Lim, 2008; Fanek dkk., 2012).

2.8 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan salah satu teknik spektroskopi yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi senyawa menggunakan gelombang inframerah dengan rentang panjang gelombang 2,5-25 μm dan rentang frekuensi 400-4000 cm^{-1} . FTIR sering dimanfaatkan untuk mendapatkan spektra inframerah dari sampel yang dapat berupa padat, cair, maupun gas.

Metode FTIR pada prinsipnya adalah teknik spektroskopi yang didasarkan pada terjadinya vibrasi molekul akibat penyerapan energi sinar infra merah. Penyerapan energi ini akan mengakibatkan molekul (gugus fungsi) bervibrasi dengan berbagai cara yakni, vibrasi ulur (*stretching vibration*) meliputi vibrasi ulur simetri dan vibrasi ulur asimetri dan vibrasi tekuk (*bending vibration*) meliputi vibrasi goyangan (*rocking*), guntingan (*scissoring*), kibasan (*wagging*) dan vibrasi pelintiran (*twisting*) (Sastrohamidjojo, 2001). Jenis vibrasi ini tergantung pada

energi ikat dalam suatu gugus fungsi, sehingga akan memberikan sinyal pada tingkat atau besaran energi yang spesifik untuk masing-masing gugus fungsi, yang dinyatakan dalam bilangan gelombang (cm^{-1}).

Data yang dihasilkan oleh FTIR berupa spektra dengan intensitas sebagai fungsi dari bilangan gelombang. Dari spektra tersebut dapat diidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui komponennya berdasarkan gugus fungsi yang muncul pada bilangan gelombang tertentu. Ukuran pada puncak yang dihasilkan menunjukkan jumlah senyawa yang terdapat dalam sampel. Oleh karena itu analisis menggunakan FTIR dapat dilakukan untuk mengidentifikasi sampel atau material yang belum diketahui komponen gugus fungsi didalamnya (Rouessac dan Rouessac, 2013).

2.9 Nikel

Nikel merupakan logam yang banyak digunakan dalam industri seperti, industri elektroplating, baterai, bahan-bahan *stainless steel*, dan lain-lain (Park dkk., 2008). Nikel umumnya membentuk *alloy* dengan besi, tembaga, aluminium, dan seng (National Pollutant Inventory, 2013). Sekitar 60% nikel ditemukan dalam batuan laterit dan 40% dalam bentuk sulfida nya. Hampir setiap daerah di dunia memiliki cadangan nikel. Filipina, Indonesia, Rusia, Kanada, dan Australia adalah negara-negara terbesar penghasil nikel berdasarkan *survey* pada tahun 2012 (USGS Minerals Information, 2012).

2.9.1 Nikel Hidroksida

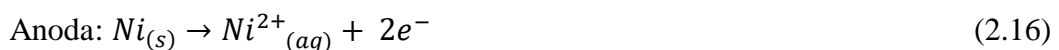
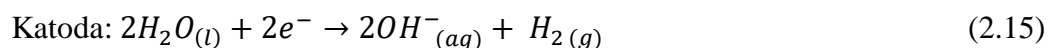
Nikel(II) hidroksida merupakan material berwujud padat berwarna hijau, memiliki massa molekul 92,71 g/mol dengan rumus kimia $\text{Ni}(\text{OH})_2$. Nikel(II) hidroksida yang ditunjukkan pada gambar 2.14 bersifat karsinogen dan juga dapat menyebabkan iritasi pada mata dan kulit serta gangguan pernafasan (MSDS, 2014).



Gambar 2.14 Nikel(II) Hidroksida

Terdapat dua bentuk umum dari Nikel(II) hidroksida, yaitu α -Ni(OH)₂ dan β -Ni(OH)₂. α -Ni(OH)₂, memiliki jarak antar lapisan yang besar, yaitu 7,5 Å dan ruang antar lapisan tersebut terisi oleh molekul air dan anion-anion yang jenisnya tergantung pada proses pembuatan Nikel(II) hidroksida. Sedangkan pada β -Ni(OH)₂ memiliki jarak antar lapisan 4,6 Å tanpa ada spesi yang terjebak diantara ruang antar lapisan. Bentuk Nikel(II) hidroksida yang diperoleh saat sintesis sangat tergantung pada metode sintesis yang digunakan (Khan dkk., 2011).

Nikel(II) hidroksida dapat dihasilkan dengan metode elektrolisis menggunakan lempeng nikel sebagai katoda dan anoda serta asam sitrat sebagai elektrolit. Reaksi yang terjadi pada elektroda selama proses elektrolisis adalah:



Ion hidroksi dan Ni²⁺ yang terbentuk pada katoda dan anoda selanjutnya akan bereaksi membentuk Nikel(II) hidroksida, sesuai dengan persamaan reaksi berikut ini:



(Budipramana, dkk., 2014)

2.9.2 Nikel Oksida

Nikel oksida (NiO) seperti yang ditunjukkan oleh gambar 2.15 merupakan suatu material berwujud padat berwarna hijau yang memiliki berat molekul sebesar 74,71 g/mol. Bila terkena kulit, nikel oksida dapat menyebabkan iritasi serta gangguan pernafasan jika terhirup ataupun tertelan (MSDS, 2013). Nikel oksida

banyak dimanfaatkan sebagai komponen baterai *Nickel-Iron* maupun baterai *Nickel-Cadmium*.



Gambar 2.15 Nikel Oksida (NiO)

Nikel oksida dapat diperoleh melalui sintesis padatan dari hasil sintesis Nikel(II) hidroksida yang dipanaskan dalam *furnace* bersuhu 400 °C. Pada saat proses kalsinasi tersebut, Ni(II) hidroksida akan melepaskan molekul air yang terdapat pada ruang antar lapisannya, sehingga terjadi reaksi:



(Zhou dkk., 2006)

2.10 Nanopartikel

Nanopartikel dapat didefinisikan sebagai partikel berdimensi tiga, yang memiliki ukuran berskala nanometer, yaitu 1-100 nm (Mohanraj, 2006). Nanopartikel diketahui terdapat dalam bermacam-macam bentuk seperti *nanorods*, *nanotubes*, *nanosheets*, dan lain sebagainya. Nanopartikel mengandung beberapa atom atau molekul yang mempunyai sifat sangat berbeda dengan material *bulk* dan atomnya seperti, sifat elektronik, optik, magnet dan sifat kimia (Kattumuri, 2006).

Sifat yang berbeda pada nanopartikel biasanya berkaitan dengan fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisasi. Fenomena lainnya yaitu perubahan rasio jumlah atom yang

menempati permukaan, terhadap jumlah total atom. Hal ini berpengaruh terhadap perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Perubahan-perubahan tersebut diharapkan dapat menjadi keunggulan nanopartikel dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran *bulk* (Mikrajuddin dan Khairurrijal, 2009).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas (gelas beaker 500 mL, pipet volume 10 mL, pipet tetes, kaca arloji, cawan petri, dan lain-lain), neraca analitik (Ohaus PA 1602), *magnetic stirrer*, pH meter (S120010 Mettler Toledo), *furnace*, *oven*, *hot plate*, kabel *heat shrink*, *power supply*, penjepit buaya, satu set alat destilasi, satu set evaporator, satu set potensiostat EDAQ E161 dan e-corder 410 yang terhubung dengan software e-chem vs 2.0.1, satu set alat *Quartz Crystal Microbalance (QCM)* QCM200 (SRS Stanford Research System) 5 MHz yang terhubung dengan software SRS200, instrumen *Fourier Transform Infrared (FTIR)* (8400S Shimadzu) dan mikroskop optik (Olympus BX60).

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu anilin (Merck KGaA 64271 Damstadt, Germany), HCl 37%, aqua demineralisasi, natrium sitrat dihidrat 99,5% ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$, Sigma-Aldrich), dua buah plat nikel (PT. INCO), NaOH, gelatin sapi, kulit babi, *marshmallow* komersial “Jet-Puffed” (Kraft), “Duck Marshmallow” (Chomp Chomp), “Marpoles” (Candy Marshmallow Poles), dan *marshmallow* kemasan. Semua sampel nyata *marshmallow* diperoleh dari pasar dan *supermarket* di Surabaya.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Sintesis Ni(OH)₂ Nanopartikel

Sintesis Ni(OH)₂ nanopartikel dilakukan dengan metode elektrolisis seperti yang telah dilakukan oleh (Budipramana dkk., 2014). Pada sintesis ini

digunakan dua buah lempeng logam nikel sebagai elektroda pada anoda dan katoda serta larutan natrium sitrat 0,3 M.

Pertama-tama lempeng logam nikel dibersihkan dengan cara diampas untuk menghilangkan pengotor. Setelah bersih, kedua plat logam tersebut dihubungkan pada *power supply* menggunakan kabel penjepit buaya. Sebanyak 10 mL larutan natrium sitrat 0,3 M ditambahkan ke dalam 400 mL aqua demineralisasi yang dipanaskan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah larutan mendidih, plat nikel dicelupkan dan ditekan tombol *on* pada *power supply*. Proses elektrolisis dilakukan selama ± 30 menit pada potensial 55 V. Skema elektrolisis pada sintesis nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ditunjukkan oleh Gambar 3.1 berikut ini:



Gambar 3.1 Skema sel elektrolisis nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$

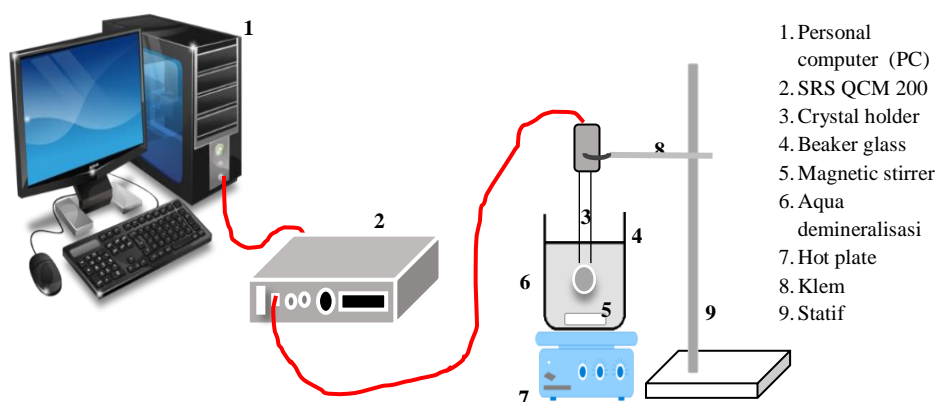
Pembentukan nanopartikel ditandai dengan perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi hijau. Larutan tersebut kemudian didinginkan pada suhu ruang sampai terbentuk koloid berwarna hijau.

3.2.2 Pembuatan Larutan Natrium Sitrat 0,3 M

Sebanyak 4,415 g natrium sitrat dihidrat ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan ke dalam 50 mL aqua demineralisasi. Natrium sitrat 0,3 M digunakan sebagai katalis pada sintesis $\text{Ni}(\text{OH})_2$ nanopartikel.

3.2.3 Rancangan Alat

Pengujian sensor QCM terhadap sampel dilakukan dengan meletakkan lempeng QCM pada *crystal holder* QCM. *Crystal holder* QCM tersebut dihubungkan dengan kabel RJ-45 dan kemudian dirangkai pada *mainboard* QCM yang tersambung pada komputer. *Mainboard* QCM dinyalakan terlebih dahulu sebelum dilakukan pengujian untuk mengetahui kestabilan frekuensi dari lempeng sensor yang digunakan. Rangkaian alat QCM seperti pada Gambar 3.2 berikut ini:



Gambar 3.2 Rangkaian alat sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM).

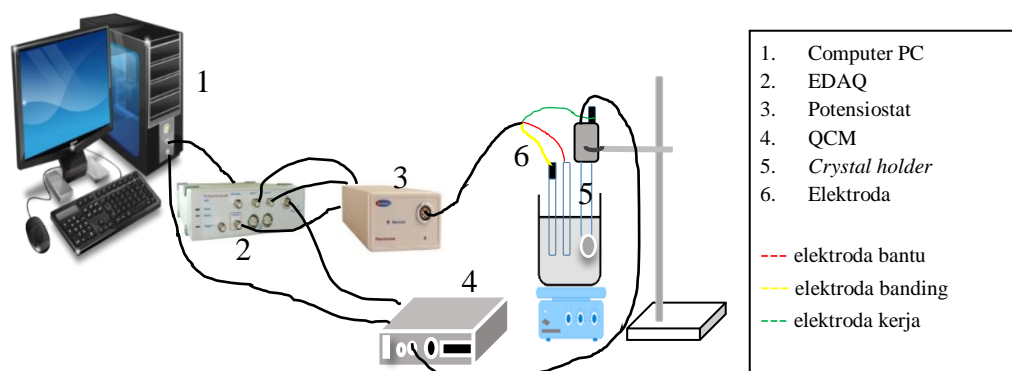
3.2.4 Pembuatan Sensor QCM

3.2.4.1 Pelapisan Polianilin

Terlebih dahulu anilin didestilasi untuk mendapatkan monomer dari oligomernya. Kemudian sebanyak 1,4 mL monomer anilin ditambahkan 150 mL aqua demineralisasi dan HCl pekat tetes demi tetes sampai diperoleh pH 1,5 (Hutapea dkk., 2014).

Pelapisan polianilin pada permukaan elektroda dari QCM dilakukan dengan cara elektropolimerisasi menggunakan metode voltametri siklik. Pelapisan ini dilakukan sebanyak 40 siklik dengan laju sapuan 50 mV s^{-1} pada rentang potensial $-0,5 \text{ V}$ sampai $+1,0 \text{ V}$ (Fitriyana dan Kurniawan, 2015). Pada elektropolimerisasi anilin digunakan tiga buah elektroda yaitu Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding, platina sebagai elektroda bantu dan emas pada QCM

sebagai elektroda kerja. Gambar 3.3 berikut ini merupakan rangkaian alat yang digunakan dalam pelapisan polianilin pada permukaan lempeng sensor QCM.



Gambar 3.3 Rangkaian alat polimerisasi anilin pada lempeng sensor QCM

3.2.4.2 Pelapisan NiO Nanopartikel

Lempeng sensor QCM yang telah terlapis polianilin dicelupkan ke dalam nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ selama 5 menit dan disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian lempeng sensor QCM dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ (Budipramana dkk., 2014).

3.2.5 Pembuatan Gelatin

Gelatin yang digunakan pada penelitian ini diperoleh dengan cara ekstraksi asam. Kulit babi sebagai bahan baku pembuatan gelatin terlebih dahulu dipotong-potong dengan ukuran $\pm 2\text{-}4\text{ cm}$. Selanjutnya kulit tersebut dicuci dan direbus dalam 1L aqua demineralisasi sampai kulit babi terlihat pucat dan mengembang. Setelah terlihat mengembang, selanjutnya dilakukan perendaman dalam HCl 4% dengan perbandingan 1:3 selama 4 hari. Kulit babi dicuci dengan aqua demineralisasi hingga pH air pencuci netral.

Ekstraksi untuk memperoleh gelatin dilakukan selama 2×24 jam dengan suhu awal 50°C dan perlahan dinaikkan hingga suhu $90\text{ }^\circ\text{C}$. Gelatin yang merupakan filtrat dari hasil ekstraksi selanjutnya disterilisasi dalam oven bersuhu

50 °C selama satu menit. Gelatin disimpan pada tempat bersuhu rendah dalam wadah tertutup (Hastuti dan Sumpe, 2007; Candle dan Kurniawan, 2016).

3.2.6 Karakterisasi Gelatin

Gelatin dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dengan cara gelatin yang berbentuk serbuk digerus dan ditambahkan KBr kemudian dibentuk pelet. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada gelatin babi

3.2.7 Pembuatan Blanko dan Larutan Stok Gelatin

Larutan stok gelatin dibuat dengan melarutkan 3 gram gelatin ke dalam 100 mL aqua demineralisasi untuk memperoleh konsentrasi 30.000 ppm. Sedangkan blanko yang digunakan adalah 300 mL aqua demineralisasi.

3.2.8 Pengujian Sensor QCM

3.2.8.1 Sampel Gelatin Babi, Gelatin Sapi

Sampel yang digunakan pada pengujian sensor meliputi gelatin babi, gelatin sapi, dan *marshmallow* dengan konsentrasi 100, 200, 300, dan 400 ppm.

QCM terlapis polianilin dan NiO nanopartikel dicelupkan ke dalam 300 mL aqua demineralisasi yang ditambahkan NaOH sampai pada pH 9. Sampel gelatin babi ditambahkan dalam larutan tersebut sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 200 rpm untuk menjaga larutan tetap homogen. Perlakuan yang sama dilakukan untuk pengujian dengan sampel gelatin sapi. Pengujian untuk masing-masing sampel dilakukan selama 600 detik. Pergeseran frekuensi yang terjadi saat penambahan sampel gelatin babi kemudian dibandingkan dengan pergeseran frekuensi saat penambahan gelatin sapi (Nugroho dan Kurniawan, 2015).

3.2.8.2 Sampel marshmallow

Untuk pengujian dengan sampel *marshmallow* digunakan empat buah *marshmallow* dengan merk yang berbeda. *Marshmallow* tersebut diperoleh dari pasar lokal di Surabaya. Terlebih dahulu *marshmallow* dipotong-potong menjadi

ukuran yang lebih kecil kemudian ditambahkan aqua demineralisasi hingga 100 mL dan diaduk hingga larut. Pengujian sensor dilakukan dengan menambahkan *marshmallow* ke dalam 300 mL aqua demineralisasi pH 9 dan diaduk dengan kecepatan 200 rpm untuk menjaga larutan tetap homogen. Perubahan frekuensi yang terbaca pada alat *Quartz Crystal Microbalance (QCM)* saat penambahan sampel *marshmallow* buatan kemudian dibandingkan dengan saat penambahan sampel gelatin sapi dan gelatin babi. Pengujian dilakukan selama 600 detik untuk masing-masing sampel.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan deteksi gelatin babi dalam permen lunak *marshmallow* menggunakan sensor *Quartz crystal microbalance* (QCM) termodifikasi NiO nanopartikel. Ni(OH)₂ nanopartikel disintesis dengan metode elektrolisis. Permukaan elektroda pada QCM dimodifikasi dengan pelapisan polianilin (PANI) menggunakan metode voltametri siklik dan NiO nanopartikel dengan teknik *layer by layer* (LbL). QCM yang telah dimodifikasi tersebut kemudian digunakan sebagai sensor gelatin dalam sampel murni gelatin babi dan gelatin sapi serta sampel nyata *marshmallow*. Kinerja sensor QCM untuk mendeteksi gelatin babi diuji dengan membandingkan perubahan frekuensi yang terjadi ketika sensor diuji dengan larutan blanko dan sampel gelatin sapi. Gelatin babi sebagai bahan pembuatan *marshmallow* diperoleh melalui ekstraksi asam dengan kulit babi sebagai bahan baku. Karakterisasi gelatin babi dan gelatin sapi dilakukan menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada kedua jenis gelatin tersebut.

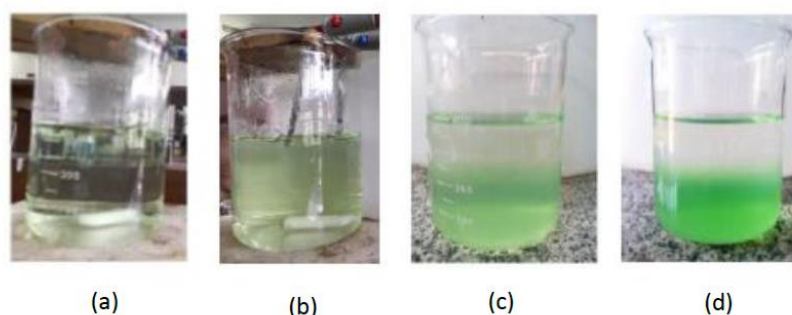
4.1 Sintesis Ni(OH)₂ nanopartikel

Sintesis Ni(OH)₂ nanopartikel dilakukan dengan metode elektrolisis menggunakan plat logam nikel yang diperoleh dari PT. INCO. Logam nikel berukuran 0,5 cm x 7,5 cm dengan tebal 1 mm tersebut digunakan sebagai elektroda, baik katoda maupun anoda, pada proses elektrolisis. Untuk mengetahui jenis-jenis unsur yang terkandung dalam logam nikel tersebut, maka terlebih dahulu dilakukan karakterisasi menggunakan *X-ray Fluorescence* (XRF). Hasil karakterisasi XRF ditampilkan pada tabel 4.1. Diketahui terdapat komposisi nikel sebanyak 97,4% dalam logam nikel yang digunakan sebagai elektroda (Budipramana dkk., 2014).

Tabel 4.1 Komposisi logam nikel dari hasil XRF (Budipramana dkk., 2014)

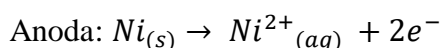
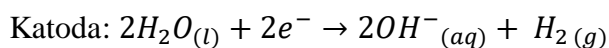
Komposisi	% massa
Ti	0,3 +/- 0,4
Cr	0,7 +/- 0,36
Fe	1,6 +/- 0,5
Ni	97,4 +/- 10,3

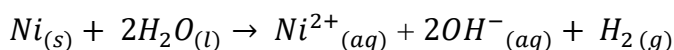
Pada sintesis Ni(OH)₂ nanopartikel digunakan natrium sitrat (Na₃C₆H₅O₇) 0,3 M pada potensial 50 V selama ± 30 menit (Budipramana dkk., 2014). Natrium sitrat sering digunakan dalam pembuatan nanopartikel karena selain berfungsi sebagai zat pereduksi, natrium sitrat juga berfungsi sebagai stabilisator untuk mencegah terbentuknya endapan selama elektrolisis berlangsung (Kumar, 2007).



Gambar 4.1 Perubahan warna pembentukan Ni(OH)₂ nanopartikel pada: 5 menit (a); 30 menit (b); 1 minggu (c); 2 minggu (d)

Reaksi pembentukan Ni(OH)₂ terjadi ketika natrium sitrat mulai ditambahkan ke dalam air yang telah dipanaskan. Larutan yang semula tidak berwarna perlahan-lahan berubah menjadi kehijauan seperti yang terlihat pada gambar 4.1. Pembentukan Ni(OH)₂ diawali dengan reaksi oksidasi logam Ni menjadi ion Ni²⁺ pada anoda. Air (H₂O) pada permukaan katoda tereduksi menjadi ion hidroksida (OH⁻) dan gas H₂. Pelepasan gas H₂ ditandai dengan terbentuknya gelembung-gelembung udara pada elektroda. Selanjutnya ion Ni²⁺ akan bereaksi dengan ion hidroksida membentuk Ni(OH)₂. Secara keseluruhan reaksi yang terjadi dapat ditulis menjadi:



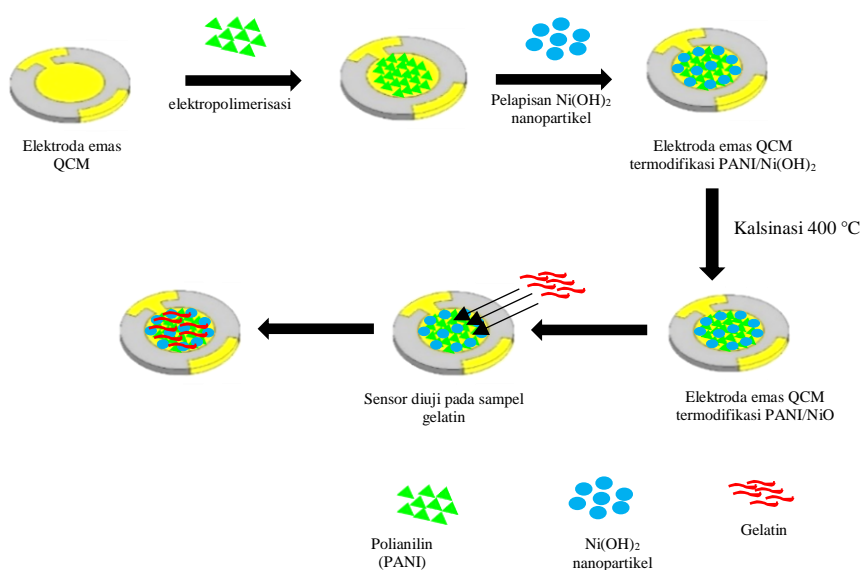


(Budipramana dkk., 2014)

Ni(OH)₂ yang telah terbentuk selanjutnya disimpan dalam waktu sekitar 2 minggu untuk memperoleh endapan yang banyak. Hal ini disebabkan rendahnya kelarutan Ni(OH)₂ dalam air, yaitu sekitar 2×10^{-16} (Sillen dan Martel, 1964).

4.2 Pembuatan sensor *Quartz crystal microbalance* (QCM)

Sebelum digunakan sebagai sensor, QCM terlebih dahulu dicuci dengan larutan *piranha* (H₂O₂ 30 %:H₂SO₄ pekat = 1:3 v/v). Pencucian kemudian dilanjutkan dengan aqua DM menggunakan pembersih ultrasonik selama 10 menit. Modifikasi QCM dilakukan dengan melapiskan polianilin (PANI) dan NiO nanopartikel pada permukaan elektroda emasnya dengan mekanisme yang ditunjukkan pada gambar 4.2 berikut ini.



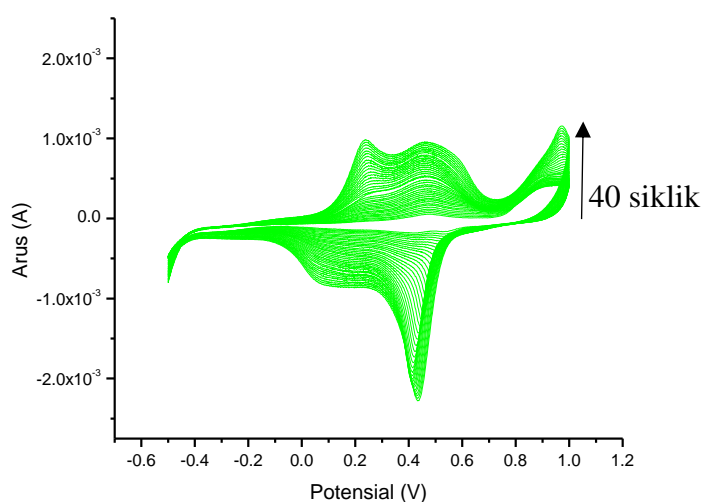
Gambar 4.2 Skema modifikasi elektroda emas QCM dengan polianilin dan Ni(OH)₂ nanopartikel

4.2.1 Polimerisasi anilin

Anilin merupakan senyawa tidak berwarna dan memiliki titik didih 184 °C. Saat terkena cahaya anilin mudah berubah warna menjadi kuning kecoklatan

dan mudah teroksidasi oleh udara menjadi bentuk dimer maupun oligomernya. Oleh karena itu, sebelum digunakan untuk pelapisan elektroda emas QCM, terlebih dahulu anilin didestilasi untuk memperoleh monomernya.

Anilin hasil destilasi kemudian ditambahkan aqua DM dan HCl 1M sampai diperoleh pH 1,5. Elektropolimerisasi anilin dilakukan menggunakan metode voltametri siklik pada rentang potensial -0,5 V sampai +1 V dengan *scan rate* 50 mV s⁻¹ sebanyak 40 siklus.



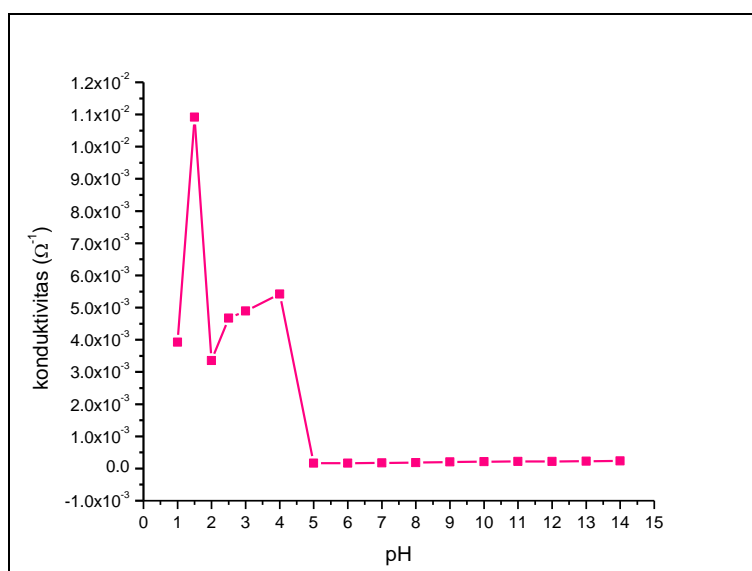
Gambar 4.3 Voltammogram polimerisasi anilin pada permukaan elektroda emas QCM pada rentang potensial -0,5 sampai +1,0 V, *scan rate* 50 mVs⁻¹ (vs. Ag/AgCl) sebanyak 40 siklus

Voltammogram pada gambar 4.3 menunjukkan terdapat dua puncak anoda dan dua puncak katoda. Puncak anodik pertama teramati pada potensial +0,22 V dengan respon arus +0,16 mA sampai +1 mA dan puncak anoda kedua terjadi pada potensial +0,78 V dengan respon arus +0,21 mA sampai +0,93 mA. Sedangkan puncak katodik pertama dan kedua terjadi pada potensial +0,04 V dan +0,47 V dengan respon arus masing-masing -0,17 mA sampai -0,8 mA dan -0,22 mA sampai -2,1 mA. Puncak oksidasi yang muncul pada potensial sekitar +0,2 V merupakan puncak dimana leukomeraldin (polianilin dalam bentuk tereduksi sempurna atau *fully reduced*) teroksidasi menjadi emeraldin (polianilin dalam bentuk setengah teroksidasi atau *half oxidized*). Kemudian puncak yang muncul pada potensial sekitar 800 mV merupakan puncak oksidasi emeraldin menjadi bentuk pernigranilin

(polianilin dalam bentuk teroksidasi sempurna atau *fully oxidized*) (Dhawan dkk., 1997).

Tabel 4.2 Nilai hambatan (R) elektropolimerisasi anilin di berbagai pH (Hutapea, dkk., 2014)

pH	Hambatan (Ω)	pH	Hambatan (Ω)
1	254,89	7	5828,2
1,5	91,573	8	5501,4
2	297,99	9	4929,9
2,5	213,93	10	4723,1
3	204,29	11	4509
4	184,43	12	4489,6
5	6066,3	13	4359,4
6	5920,9	14	4269,2



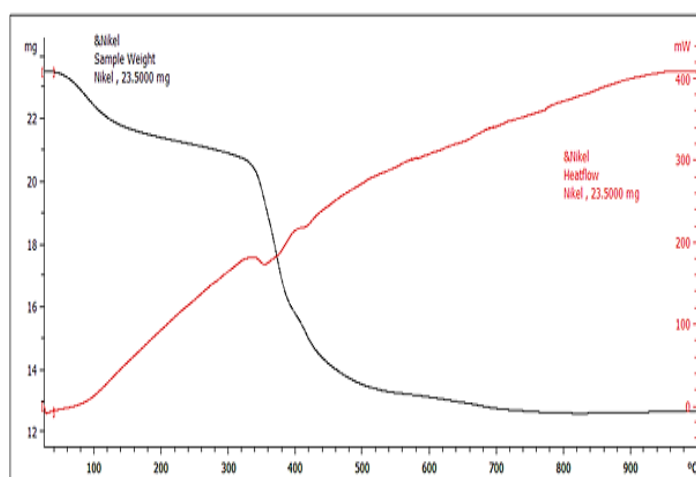
Gambar 4.4 Pengaruh pH elektropolimerisasi terhadap konduktivitas anilin (Hutapea, dkk., 2014)

Elektropolimerisasi anilin dilakukan pada pH 1,5 karena umumnya polimer konduktif terbentuk dari kopling *head-to-tail* yang hanya dapat terjadi pada kondisi pH asam. Polianilin terbentuk dari monomer anilin yang berikatan secara *head-to-tail* pada posisi para dari cincin aromatiknya (Green dan Woodhead, 1910; Bavane, 2014). Sedangkan pada pH yang lebih tinggi (suasana basa) polimer terbentuk melalui kopling *head-to-head* dan tidak memiliki ikatan rangkap terkonjugasi sehingga polimer tersebut bersifat tidak konduktif (Yu dan Sundmacher, 2007;

Fitriyana dan Kurniawan, 2015). Menurut penelitian yang telah dilakukan Hutapea dkk., (2014), pada pH 1,5 anilin memiliki tingkat konduktivitas yang paling tinggi dengan nilai hambatan yang paling kecil seperti yang ditampilkan pada tabel 4.2 dan gambar 4.4.

4.2.2 Pelapisan NiO nanopartikel

Pelapisan NiO nanopartikel pada permukaan elektroda emas QCM dilakukan dengan teknik deposisi *Layer by Layer* (LbL) (Fitriyana dan Kurniawan, 2015). Elektroda emas QCM yang sebelumnya telah dilapisi polianilin, dipasang pada *crystal holder* dan dicelupkan ke dalam Ni(OH)₂ nanopartikel selama 5 menit dengan disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. QCM kemudian dilepas dari *crystal holder* nya dan dikeringkan pada suhu ruang. Setelah QCM kering selanjutnya dilakukan kalsinasi pada suhu 400 °C. Kalsinasi dilakukan pada suhu 400 °C berdasarkan hasil analisis *Thermo Gravimetry Analysis-Differential Scanning Calorimetry* (TGA-DSC) yang dilakukan oleh Budipramana dkk., (2014).

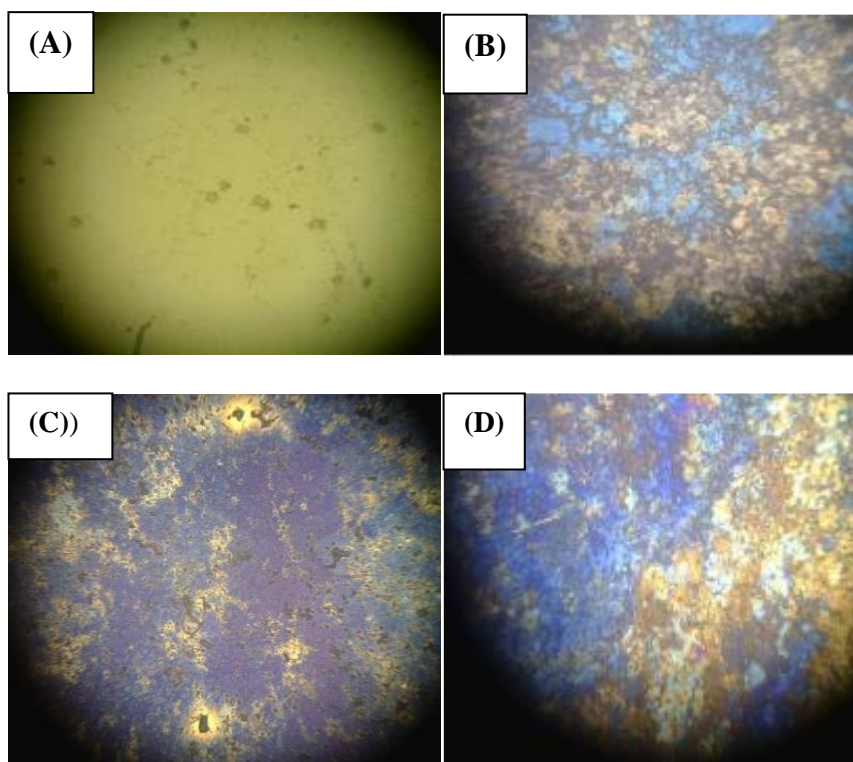


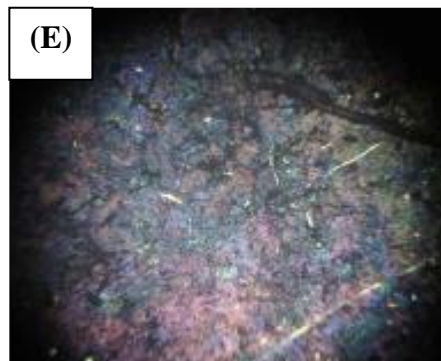
Gambar 4.5 Termogram Ni(OH)₂ (Budipramana, dkk., 2014)

Dari termogram pada gambar 4.5 dapat diamati proses perubahan Ni(OH)₂ menjadi NiO nanopartikel. Penurunan massa Ni(OH)₂ terjadi pada suhu 120, 323, dan 400 °C. Pemanasan hingga suhu 120 °C menyebabkan dekomposisi air yang

berikatan secara fisik dengan Ni(OH)_2 . Penurunan massa pada kisaran suhu 120 hingga 323 °C mengindikasikan terjadinya dekomposisi air hidrat dari Ni(OH)_2 membentuk Ni(OH)_2 anhidrat. Ni(OH)_2 anhidrat terdekomposisi pada suhu 400 °C yang ditandai dengan terjadinya penurunan massa akibat penguapan air kristal membentuk NiO (Budipramana, dkk., 2014). Permukaan elektroda QCM yang telah dimodifikasi diamati menggunakan mikroskop optik.

Gambar 4.6 menunjukkan tampilan permukaan elektroda emas QCM sebelum dan sesudah dimodifikasi. Permukaan elektroda emas yang semula berwarna kuning terang berubah menjadi biru kehitaman setelah dilapisi dengan polianilin sebanyak 40 siklus. Penambahan Ni(OH)_2 nanopartikel membuat permukaan elektroda menjadi tampak lebih berwarna biru tetapi lapisan polianilin masih terlihat menempel pada permukaan elektroda. Pelapisan polianilin bertujuan untuk mengikat Ni(OH)_2 sehingga ketika QCM dicelupkan ke dalam air, Ni(OH)_2 yang telah dilapiskan tidak terlepas. Permukaan elektroda terlihat menjadi lebih gelap setelah proses kalsinasi pada suhu 400 °C.





Gambar 4.6 Pengamatan mikroskop optik permukaan lempeng QCM: emas (A); emas-polianilin (B); emas-polianilin setelah kalsinasi 400 °C (C); emas-polianilin-Ni(OH)₂ sebelum kalsinasi (D); setelah kalsinasi 400 °C (E)

Setelah dapat dipastikan bahwa elektroda emas QCM telah termodifikasi dengan polianilin/NiO nanopartikel, selanjutnya QCM digunakan untuk mendeteksi gelatin babi dalam *marshmallow*.

4.3 Pembuatan dan karakterisasi gelatin

4.3.1 Pembuatan gelatin

Gelatin diperoleh dari hasil ekstraksi asam kulit babi. Kulit babi yang telah dicuci dan dipotong-potong kecil direbus untuk menghilangkan lemak-lemak yang masih menempel. Pemanasan dihentikan setelah kulit babi terlihat pucat dan mengembang. Kulit babi kemudian direndam dalam HCl 4% dengan perbandingan 1:3 selama 4 hari. Perendaman dengan HCl ini bertujuan untuk menghilangkan mineral-mineral garam berbentuk garam fosfat maupun yang lain (Hastuti dan Sumpe, 2007). Selanjutnya kulit babi dicuci dengan aqua DM sampai diperoleh pH netral.

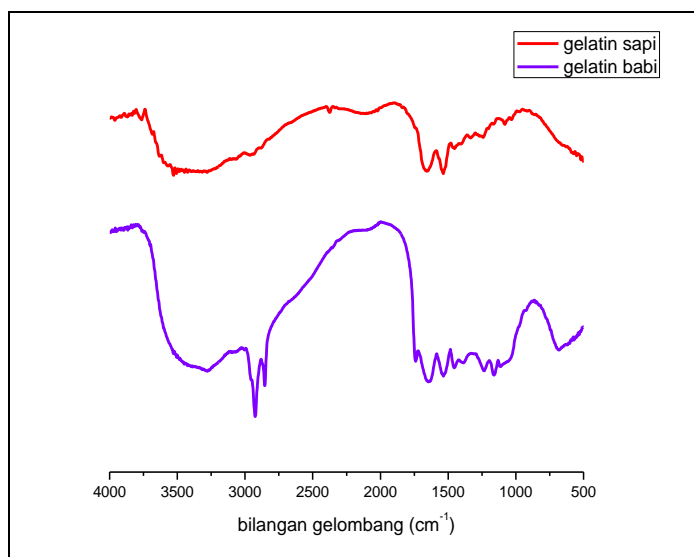
Ekstraksi asam kulit babi dilakukan selama 2 x 24 jam dengan suhu awal 50 °C yang perlahan dinaikkan sampai 90 °C. Peningkatan suhu secara perlahan bertujuan untuk menghindari suhu kejut yang dapat merusak struktur jaringan dari kulit babi (Candle dan Kurniawan, 2016). Setelah ekstraksi selesai, dilakukan pemisahan antara filtrat dan residu. Filtrat yang terbentuk kemudian dipekatkan dengan evaporator dan dikeringkan. Gelatin yang diperoleh dipanaskan dalam oven

pada suhu 50 °C sebagai proses sterilisasi sebelum disimpan dalam wadah bersuhu rendah (Hanani dkk., 2012).

4.3.2 Karakterisasi gelatin

Dilakukan karakterisasi terhadap gelatin babi dan gelatin sapi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam kedua jenis gelatin tersebut. Pada karakterisasi ini, gelatin babi yang digunakan merupakan hasil dari ekstraksi asam sedangkan gelatin sapi yang digunakan adalah gelatin sapi komersial.

Dari uji yang dilakukan, diperoleh empat puncak utama pada spektra FTIR gelatin sapi dan gelatin babi seperti yang dapat dilihat pada gambar 4.7. Puncak-puncak tersebut terdapat pada kisaran bilangan gelombang yang hampir sama baik pada gelatin babi maupun gelatin sapi yaitu pada kisaran bilangan gelombang 3500-3200 cm^{-1} yang merupakan daerah amida A, 1740-1600 cm^{-1} yang merupakan daerah amida I, 1540-1335 cm^{-1} merupakan daerah amida II dan 1242-1058 cm^{-1} merupakan daerah amida III.



Gambar 4.7 Spektra FTIR gelatin sapi dan gelatin babi

Puncak yang muncul pada daerah amida A disebabkan adanya vibrasi *stretching* dari N-H. puncak yang muncul pada daerah amida A tidak bergantung

pada konformasi struktur polipeptida tetapi sangat dipengaruhi oleh kekuatan ikatan hidrogen (Barth, 2007). Vibrasi amida I yang terjadi pada kisaran bilangan gelombang 1600-1700 cm⁻¹, utamanya disebabkan oleh vibrasi *bending* C=O dan sebagian vibrasi *stretching* C-N. Vibrasi amida I sangat dipengaruhi oleh konformasi struktur polipeptida serta ikatan hidrogen. Oleh karena itu vibrasi amida I umumnya digunakan untuk menentukan struktur sekunder dari protein (Muyonga dkk., 2004; Pranoto dkk., 2007; Barth, 2007). Puncak amida II disebabkan oleh kombinasi vibrasi *bending* N-H pada bidang planar dan vibrasi *stretching* C-N serta sebagian kecil vibrasi *stretching* C-C. Sedangkan puncak pada daerah amida III berkaitan dengan vibrasi *bending* N-H pada bidang planar dan vibrasi *stretching* C-N serta sebagian kecil vibrasi *bending* CO dan vibrasi *stretching* CC (Barth, 2007). Puncak amida III juga dapat dipengaruhi oleh vibrasi gugus CH₂ dari glisin (Muyonga dkk., 2004; Nur Hanani dkk., 2012). Hasil karakterisasi gelatin dengan FTIR spektroskopi yang diperoleh sesuai dengan karakterisasi yang sebelumnya dilakukan oleh Hashim dkk., (2010) dan Hanani dkk., (2012).

4.4 Uji kemampuan deteksi sensor QCM

Kemampuan sensor QCM untuk mendeteksi gelatin diuji dalam media air dalam suasana basa pH 9. QCM dipasang pada *crystal holder* dan dimasukkan ke dalam air dengan disertai pengadukan pada kecepatan 200 rpm. Ketika QCM mulai masuk ke dalam media air, terjadi pergeseran frekuensi yang terbaca pada monitor. Interaksi antara adsorben pada permukaan elektroda QCM dengan analit menyebabkan terjadinya perubahan massa dan pergeseran frekuensi. Ketika analit terikat pada adsorben, massa pada permukaan QCM akan meningkat sedangkan nilai pergeseran frekuensi menurun (Latif dkk., 2013). Besar pergeseran frekuensi berbanding lurus dengan perubahan massa yang terjadi, sesuai dengan persamaan Sauerbrey di bawah ini,

$$\Delta f = -C. \Delta m$$

dimana:

Δf = perubahan frekuensi yang teramati (Hz)

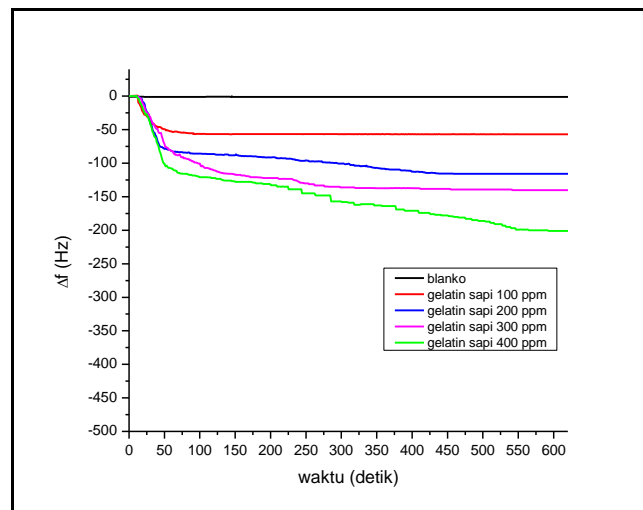
C = faktor sensitifitas kristal (56,6 Hz μg^{-1} cm² untuk 5 MHz kristal kuarsa *AT-cut* pada suhu kamar)

Δm = perubahan massa per satuan luas (g/cm^2)

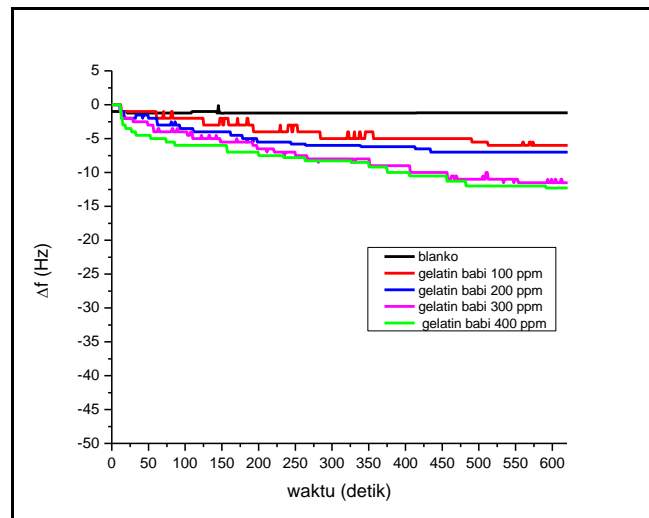
Setelah frekuensi yang terbaca stabil, masing-masing sampel dengan variasi konsentrasi 100, 200, 300, dan 400 ppm dimasukkan secara perlahan ke dalam air. Pengujian yang dilakukan selama 600 detik untuk masing-masing sampel.

4.4.1 Uji kemampuan sensor QCM tanpa modifikasi

Sensor QCM tanpa modifikasi pada elektroda emas diuji kemampuannya untuk mendeteksi gelatin dalam sampel murni gelatin sapi dan gelatin babi. Uji dilakukan dalam media aqua DM dengan pH 9 sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh (Nugroho dan Kurniawan, 2015).



(A)



(B)

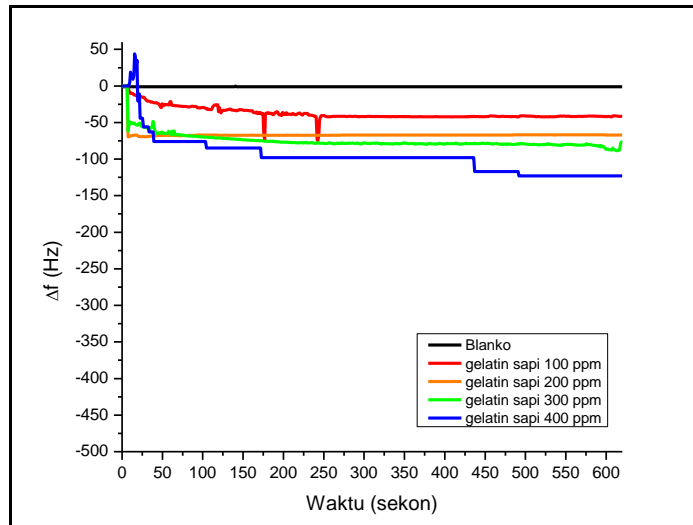
Gambar 4.8 Pergeseran frekuensi sampel murni: gelatin sapi (A) dan gelatin babi (B) pada uji sensor QCM tanpa modifikasi

Uji sensor QCM tanpa modifikasi terhadap sampel murni gelatin sapi dan gelatin babi memberikan hasil yang tidak berbeda secara signifikan. Pada gambar 4.8 dapat dilihat bahwa baik pada gelatin sapi maupun gelatin babi keduanya mengalami pergeseran frekuensi yang bernilai negatif. Nilai pergeseran frekuensi gelatin sapi relatif lebih besar dibandingkan pergeseran frekuensi untuk gelatin babi, namun keduanya sama-sama bernilai negatif. Dari hasil yang diperoleh dapat dikatakan bahwa sensor QCM tanpa modifikasi tidak dapat digunakan untuk membedakan gelatin sapi maupun gelatin babi.

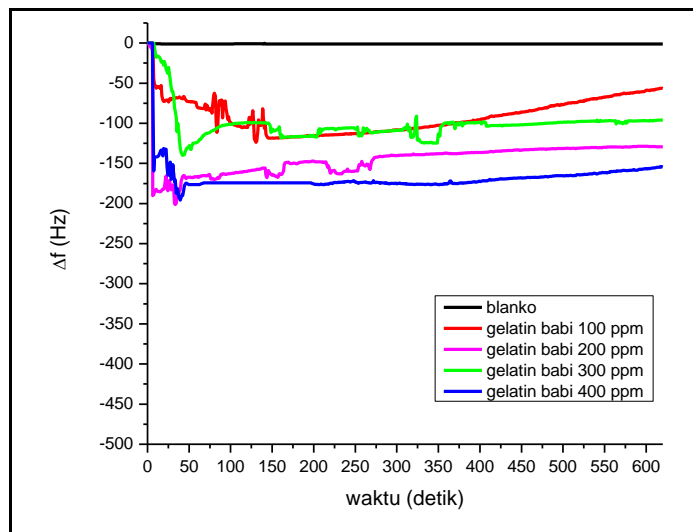
4.4.2 Uji kemampuan sensor QCM termodifikasi polianilin (PANI)

Permukaan elektroda yang telah dimodifikasi dengan polianilin dengan suhu kalsinasi 400 °C diuji kemampuannya untuk mendeteksi gelatin dalam sampel murni gelatin sapi dan gelatin babi. Uji dilakukan dengan perlakuan yang sama seperti pada uji QCM tanpa modifikasi.

Pada uji sensor QCM termodifikasi polianilin dengan suhu kalsinasi 400 °C tidak menunjukkan perbedaan pada sampel gelatin sapi dan gelatin babi seperti yang terdapat pada gambar 4.9 (A) dan (B). Hasil uji dari kedua sampel tersebut masing-masing menunjukkan pergeseran frekuensi yang bernilai negatif.



(A)



(B)

Gambar 4.9 Pergeseran frekuensi sampel murni: Gelatin sapi (A) dan gelatin babi (B) pada uji sensor QCM termodifikasi polianilin (PANI) dengan suhu kalsinasi 400 °C

4.4.3 Uji kemampuan sensor QCM termodifikasi polianilin (PANI)/NiO nanopartikel

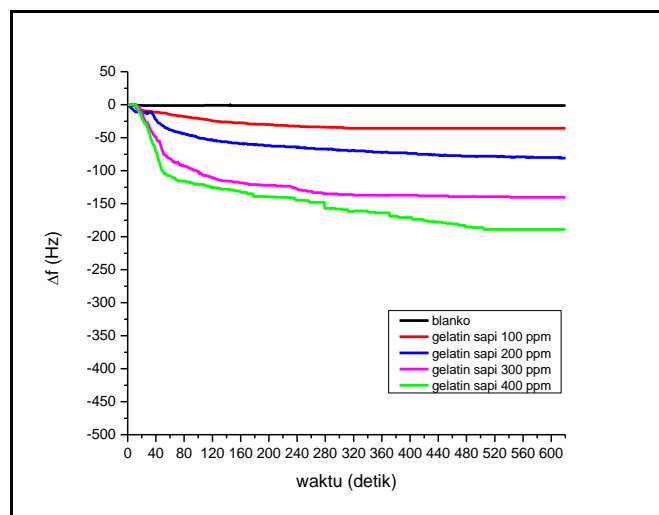
QCM yang telah dimodifikasi dengan Polianilin (PANI)/NiO nanopartikel pada elektroda emas nya diuji kemampuannya untuk mendeteksi gelatin dalam sampel murni gelatin sapi dan gelatin babi serta sampel nyata *marshmallow*. Uji

dilakukan dengan perlakuan yang sama seperti pada uji sensor QCM tanpa modifikasi.

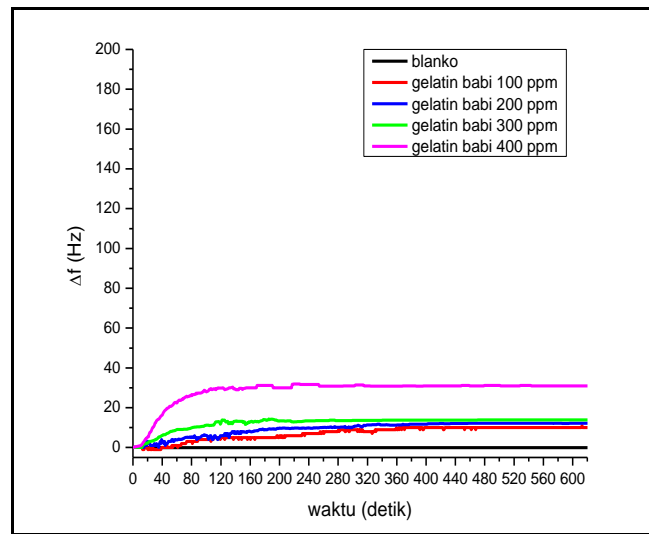
4.4.3.1 Sampel murni gelatin

Uji sensor QCM termodifikasi PANI/NiO nanopartikel dilakukan pada sampel murni gelatin sapi dan gelatin babi dengan aqua DM yang digunakan sebagai blanko. Pergeseran frekuensi yang terjadi saat uji sensor QCM dengan kedua sampel gelatin tersebut dapat diamati pada gambar 4.10 (A) dan (B).

Berbeda dengan uji menggunakan sensor QCM tanpa modifikasi, terdapat perbedaan yang signifikan pada kedua sampel gelatin sapi dan gelatin babi saat diuji menggunakan sensor QCM yang telah dimodifikasi dengan PANI/NiO nanopartikel. Pada gambar 4.10 (A), dapat diamati pergeseran frekuensi yang dihasilkan bernilai negatif untuk sampel gelatin sapi. Nilai pergeseran frekuensi semakin negatif seiring dengan bertambahnya nilai konsentrasi gelatin yang ditambahkan. Sedangkan pada sampel gelatin gelatin babi memberikan pergeseran frekuensi yang bernilai positif seperti yang tampak pada gambar 4.10 (B). Sama halnya dengan gelatin sapi, nilai pergeseran frekuensi gelatin babi meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi yang ditambahkan.



(A)



(B)

Gambar 4.10 Pergeseran frekuensi sampel murni: gelatin sapi (A) dan gelatin babi (B) pada uji sensor QCM termodifikasi PANI/NiO nanopartikel

Perbedaan pergeseran frekuensi yang dihasilkan oleh gelatin sapi dan gelatin babi disebabkan oleh kekuatan ikatan antara molekul-molekul gelatin dengan NiO nanopartikel yang juga berbeda. Ketika molekul dari analit berinteraksi dengan adsorben yang terdapat pada permukaan elektroda QCM, maka molekul tersebut akan terikat kuat pada adsorben yang berakibat pada terjadinya perubahan massa pada permukaan elektroda dan pergeseran frekuensi. Besarnya nilai pergeseran frekuensi sebanding dengan perubahan massa yang terjadi. Nilai perubahan massa yang meningkat memberikan nilai pergeseran frekuensi yang semakin negatif sesuai dengan persamaan Sauerbrey (*Sauerbrey behavior*). Akan tetapi terdapat juga fenomena ketika molekul analit yang mengenai adsorben pada permukaan elektroda QCM tidak terikat kuat. Molekul-molekul tersebut mengenai adsorben dan berikatan, namun kemudian terlepas. Pergerakan molekul-molekul yang terlepas ke analit menyebabkan massa pada permukaan elektroda berkurang. Hal ini kemudian berakibat pada pergeseran frekuensi yang bernilai positif (*Anti Sauerbrey behavior*) (Latif dkk., 2013).

Pada penelitian ini, molekul-molekul gelatin sapi yang mengenai NiO nanopartikel pada permukaan elektroda emas QCM dapat terikat sehingga massa pada permukaan elektroda QCM juga bertambah. Hal ini dibuktikan dengan

pergeseran frekuensi yang semakin negatif. Sedangkan molekul-molekul gelatin babi terikat dengan lebih kuat dengan NiO nanopartikel dibandingkan gelatin sapi. Molekul-molekul gelatin babi yang terikat kuat dengan NiO nanopartikel kelamaan akan menarik lapisan NiO nanopartikel sehingga NiO nanopartikel terlepas dari permukaan elektroda emas QCM. Ketika lapisan NiO nanopartikel terlepas maka terjadi pengurangan massa pada permukaan elektroda emas QCM. Pengurangan massa ini berakibat juga pada pergeseran frekuensi yang bernilai positif. Oleh karena itu pada sampel gelatin babi dihasilkan pergeseran frekuensi yang bernilai positif. Hasil uji sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel dengan sampel gelatin sapi dan gelatin babi sesuai dengan hasil yang telah dilakukan sebelumnya oleh Nugroho dan Kurniawan (2015).

4.4.3.2 Sampel nyata *marshmallow*

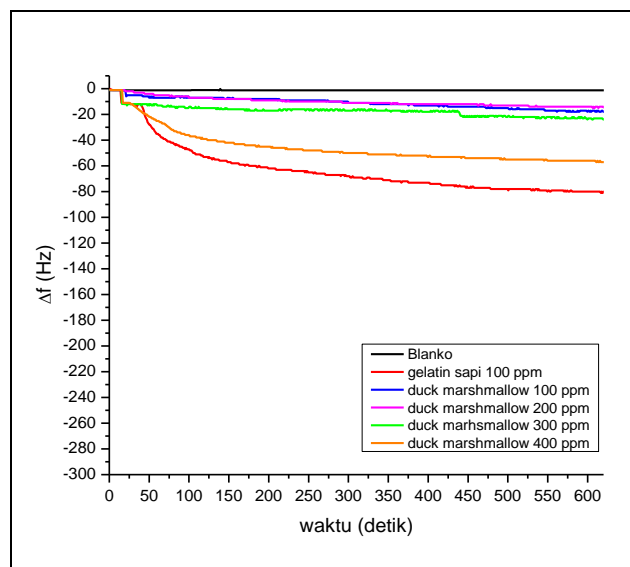
Sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel selanjutnya digunakan untuk mendeteksi gelatin dalam sampel nyata permen lunak *marshmallow*. Pada penelitian ini digunakan *marshmallow* dengan gelatin sapi, *marshmallow* dengan gelatin babi, dan *marshmallow* yang tidak diketahui jenis gelatin nya. Keseluruhan sampel tersebut diuji dengan perlakuan yang sama seperti saat uji sensor QCM dengan sampel gelatin sapi dan gelatin babi.

4.4.3.2.1 Sampel *marshmallow* “Duck Marshmallow” (Chomp Chomp)

Sampel *marshmallow* “Duck Marshmallow” (Chomp Chomp) merupakan salah satu *marshmallow* yang banyak dijumpai di pasaran. *Marshmallow* ini diketahui menggunakan gelatin sapi dalam proses pembuatannya.



(A)



(B)

Gambar 4.11 Sampel *marshmallow* “Duck Marshmallow” (Chomp Chomp) dan komposisi nya (A); pergeseran frekuensi sampel pada uji QCM temodifikasi PANI/NiO nanopartikel (B)

Pengujian sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel pada sampel nyata *marshmallow* “Duck Marshmallow” memberikan nilai pergeseran frekuensi yang negatif. Nilai pergeseran frekuensi semakin besar seiring dengan bertambahnya konsentrasi *marshmallow* yang ditambahkan, akan tetapi nilai pergeseran frekuensi dari seluruh variasi konsentrasi *marshmallow* lebih kecil dari

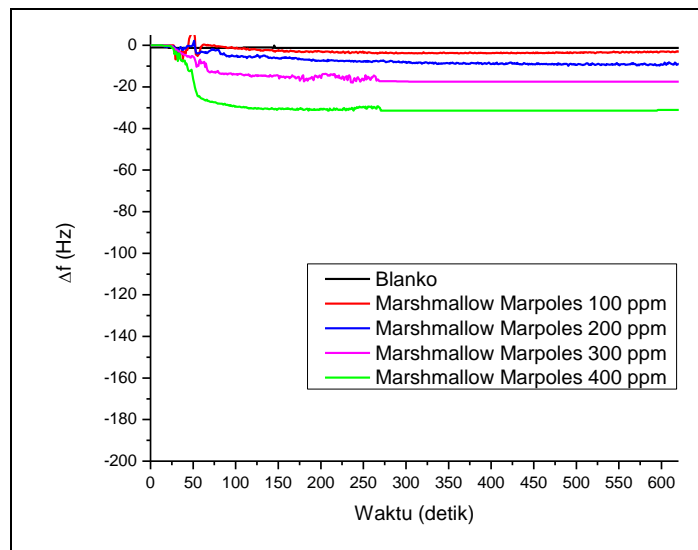
nilai pergeseran frekuensi yang dihasilkan sampel murni gelatin sapi, seperti yang tertera pada gambar 4.11 (B).

4.4.3.2 Sampel *marshmallow* “Marpoles” (Candy Marshmallow Poles)

Pada sampel *marshmallow* “Marpoles” ini diketahui menggunakan gelatin sapi dalam proses pembuatannya. Berdasarkan hasil uji dengan sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel pada gambar 4.12 (B), terjadi pergeseran frekuensi yang bernilai negatif terhadap sampel *marshmallow* “Marpoles”. Hal ini seperti yang terjadi saat uji sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel terhadap sampel murni gelatin sapi dimana pergeseran frekuensi yang dihasilkan juga bernilai negatif.



(A)



(B)

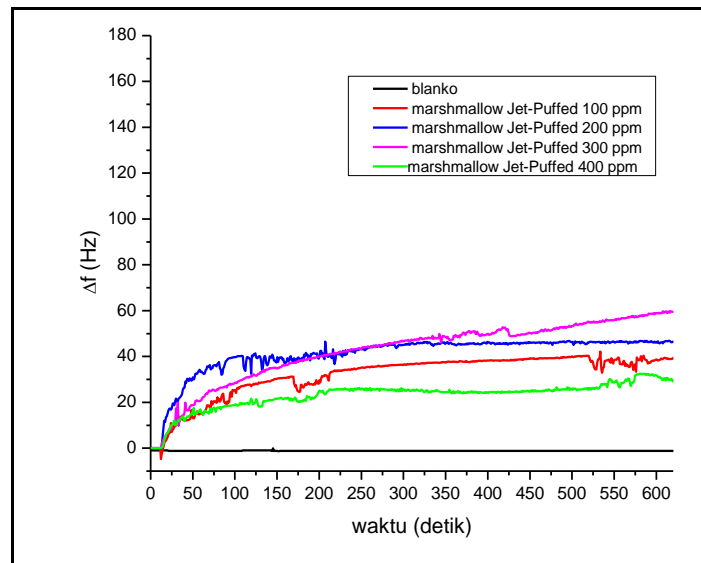
Gambar 4.12 Sampel *marshmallow* “Marpoles” (Candy Marshmallow Poles) (A); pergeseran frekuensi sampel pada uji QCM temodifikasi PANI/NiO nanopartikel (B)

4.4.3.2.3 Sampel *marshmallow* “Jet-Puffed” (Kraft)

Uji kemampuan sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel dilakukan terhadap sampel *marshmallow* komersial “Jet-Puffed”. Seperti halnya dengan sampel *marshmallow* “Magic Mallow”, pada kemasan *marshmallow* “Jet-Puffed” juga tidak disertakan jenis gelatin yang digunakan. Hasil dari uji sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel menunjukkan pergeseran frekuensi yang bernilai positif seperti yang ditunjukkan gambar 4.13 (B). Hal ini sama seperti saat uji sensor dilakukan pada sampel murni gelatin babi yang juga menghasilkan pergeseran frekuensi bernilai positif.



(A)



(B)

Gambar 4.13 Sampel *marshmallow* “Jet-Puffed” (Kraft) (A); pergeseran frekuensi sampel pada uji QCM temodifikasi PANI/NiO nanopartikel (B)

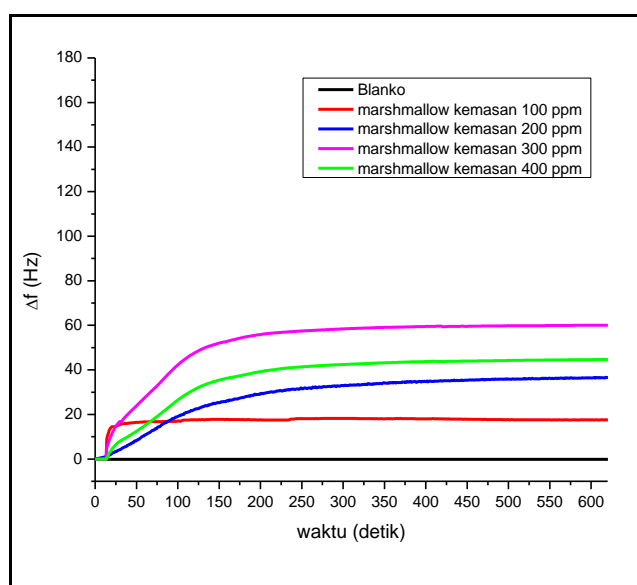
Walaupun tidak ditemukan keterangan mengenai jenis gelatin yang digunakan pada “Jet-Puffed” *marshmallow*, beberapa sumber menyatakan bahwa semua *marshmallow* produksi Kraft menggunakan gelatin babi. Kraft sebagai produsen “Jet-Puffed” *marshmallow* melansir dalam situs resmi nya menyatakan bahwa mayoritas gelatin yang digunakan dalam produk-produk Kraft adalah gelatin babi (*North American Pork*) termasuk pada produk “Jet-Puffed” *marshmallow* (Kraft, 2017).

4.4.3.2.4 Sampel *marshmallow* kemasan komersial

Sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel diuji pada sampel *marshmallow* kemasan komersial tanpa merek. Pada *marshmallow* tersebut juga tidak diketahui jenis gelatin yang digunakan akibat tidak ditemukan dalam komposisi pembuatan *marshmallow* tersebut. Uji terhadap sampel ini dilakukan dengan perlakuan yang sama seperti halnya dengan uji pada sampel-sampel sebelumnya.



(A)



(B)

Gambar 4.14 Sampel *marshmallow* kemasan (A); pergeseran frekuensi sampel pada uji QCM temodifikasi PANI/NiO nanopartikel (B)

Sampel *marshmallow* kemasan yang digunakan dalam uji sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel ini tidak diketahui merek serta jenis gelatin yang digunakan. Tidak terdapat komposisi pada kemasan *marshmallow* tersebut. Dari hasil yang diperoleh pada gambatr 4.14 (B), terjadi pergeseran frekuensi bernilai positif pada uji sensor terhadap sampel tersebut. Hasil uji mengindikasikan bahwa dalam *marshmallow* tersebut mengandung gelatin babi seperti dengan hasil uji yang diperoleh saat dilakukan terhadap sampel murni gelatin babi.

Dari uji yang telah dilakukan terhadap beberapa sampel *marshmallow* yang diperoleh dari pasar lokal di Surabaya menggunakan sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel, terdapat perbedaan jenis gelatin yang digunakan dalam pembuatan *marshmallow*. Beberapa produk *marshmallow* mencantumkan jenis gelatin yang digunakan, namun beberapa produk tidak menyebutkan dengan jelas asal mula gelatin yang terdapat dalam *marshmallow* tersebut. Penggunaan jenis gelatin pada beberapa produk *marshmallow* yang beredar di pasaran kota Surabaya ditampilkan pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Jenis gelatin dalam beberapa *marshmallow* komersial di Surabaya

No.	Merek marshmallow	Gelatin	
		Gelatin sapi	Gelatin babi
1	Duck Marshmallow (Chomp Chomp)	+	-
2	Marpoles (Candy Marshmallow Poles)	+	-
3	Jet-Puffed Marshmallow (Kraft)	-	+
4	Marshmallow komersial kemasan	-	+

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Gelatin babi dapat dideteksi menggunakan sensor *Quartz Crystal Microbalance* (QCM) yang telah dimodifikasi dengan polianilin/NiO nanopartikel. Hasil uji sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel menunjukkan pergeseran frekuensi yang bernilai positif untuk gelatin babi. Hal ini berbeda dengan pergeseran frekuensi bernilai negatif yang dihasilkan dari uji sensor terhadap gelatin sapi. Nilai pergeseran frekuensi semakin bertambah seiring dengan bertambahnya konsentrasi analit. Uji sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel terhadap sampel nyata *marshmallow* juga memberikan hasil yang sama. Untuk sampel *marshmallow* dengan gelatin sapi diperoleh pergeseran frekuensi bernilai negatif. Hasil uji sensor QCM terhadap sampel *marshmallow* yang tidak diketahui jenis gelatin yang digunakan memberikan pergeseran frekuensi yang bernilai positif. Dari hasil tersebut dapat ditengarai bahwa *marshmallow* tersebut mengandung gelatin babi.

5.2 Saran

Perlu dilakukan studi lanjutan mengenai pengembangan sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel sehingga dapat diaplikasikan pada semua jenis makanan yang mengandung gelatin. Penggunaan sensor QCM termodifikasi polianilin/NiO nanopartikel perlu dikaji lebih lanjut untuk dapat digunakan dalam pengujian secara kuantitatif.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Aida, A.A., Che Man, Y.B., Wong, C.M.V.L., Raha, A.R., dan Son, R. (2005), "Analysis of Raw Meats and Fats of Pigs Using Polymerase Chain Reaction for Halal Authentication." *Meat Science*, Vol. 69, No. 1, Hal. 47–52.
- Barth, A. (2007), "Infrared Spectroscopy of Proteins." *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Bioenergetics*, Vol. 1767, No. 9, Hal. 1073–1101.
- Bavane, R.G. (2014), "Synthesis and Characterization of Thin Films of Conducting Polymers for Gas Sensing Applications." *INFLIBNET*,
- Baziwane, D., dan He, Q. (2007), "Gelatin: The Paramount Food Additive." *Food Reviews International*, Vol. 19, No. 4, Hal. 423–25.
- Bochenkov, V.E., dan Sergeev, G.B. (2010), "Sensitivity, Selectivity, and Stability of Gas-Sensitive Metal-Oxide Nanostructures." Dalam *Metal Oxide Nanostructures and Their Applications*, American Scientific Publishers, Vol. 3, Hal. 31–52.
- Budipramana, Y., Suprpto, Ersam, T., dan Kurniawan, F. (2014a), "Synthesis Nickel Hidroksida by Electrolysis at High Voltage." *ResearchGate*, Vol. 9, No. 11, Hal. 2074.
- Cai, H., Gu, X., Scanlan, M.S., Ramatlapeng, D.H., dan Lively, C.R. (2012), "Real-Time PCR Assays for Detection and Quantitation of Porcine and Bovine DNA in Gelatin Mixtures and Gelatin Capsules." *Journal of Food Composition and Analysis*, Vol. 25, No. 1, Hal. 83–87.
- Candle, L., dan Kurniawan, F. (2016), "Deteksi Gelatin Babi Menggunakan Emas Termodifikasi Ni(OH)₂ Nanopartikel dengan Quartz Crystal Microbalance (QCM)." *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 4, No. 2.
- Casero, E., Vázquez, L., Parra-Alfambra, A.M., dan Lorenzo, E. (2010), "AFM, SECM and QCM as Useful Analytical Tools in the Characterization of Enzyme-Based Bioanalytical Platforms." *Analyst*, Vol. 135, No. 8, Hal. 1878–1903.

- Cebi, N., Durak, M.Z., Toker, O.S., Sagdic, O., dan Arici, M. (2016), "An Evaluation of Fourier Transforms Infrared Spectroscopy Method for the Classification and Discrimination of Bovine, Porcine and Fish Gelatins." *Food Chemistry*, Vol. 190, No. Januari, Hal. 1109–15.
- Demirhan, Y., Ulca, P., dan Senyuva, H.Z. (2012), "Detection of Porcine DNA in Gelatine and Gelatine-Containing Processed Food Products—Halal/Kosher Authentication." *Meat Science*, Vol. 90, No. 3, Hal. 686–89.
- Dhawan, S.K., Kumar, D., Ram, M.K., Chandra, S., dan Trivedi, D.C. (1997), "Application of Conducting Polyaniline as Sensor Material for Ammonia." *Sensors and Actuators B: Chemical*, Vol. 40, No. 2, Hal. 99–103.
- Doi, H., Watanabe, E., Shibata, H., dan Tanabe, S. (2009), "A Reliable Enzyme Linked Immunosorbent Assay for the Determination of Bovine and Porcine Gelatin in Processed Foods." *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Vol. 57, No. 5, Hal. 1721–1726.
- Fanek, H., Fava, C., dan Huang, E.C. (2012), "Determination of Effective Diffusion Coefficient of Water in Marshmallow from Drying Data Using Finite Difference Method." *ResearchGate*, Vol. 19, No. 4, Hal. 1351–1354.
- Fitriyana, F., dan Kurniawan, F. (2015), "Polyaniline-Invertase-Gold Nanoparticles Modified Gold Electrode for Sucrose Detection." *Indonesian Journal of Chemistry*, Vol. 15, No. 3, Hal. 226–233.
- Ge, Y., Wang, J., Shi, Z., dan Yin, J. (2012), "Gelatin-Assisted Fabrication of Water-Dispersible Graphene and Its Inorganic Analogues." *Journal of Materials Chemistry*, Vol. 22, No. 34, Hal. 1719–1724.
- Gelatin Manufactures Institute of America (GMIA). (2012), "Gelatin Handbook", http://www.gelatin-gmia.com/images/GMIA_Gelatin_Manual_2012.pdf
- Green, A.G., dan Woodhead, A.E. (1910), "CCXLIII.—Aniline-Black and Allied Compounds. Part I." *Journal of the Chemical Society, Transactions*, Vol. 97, No. 0, Hal. 2388–2403.
- Grundy, H.H., Reece, P., Buckley, M., Solazzo, C.M., Dowle, A.A., Ashford, D., Charlton, A.J., Wadsley, M.K., dan Collins, M.J. (2016), "A Mass Spectrometry Method for the Determination of the Species of Origin of Gelatine in Foods and Pharmaceutical Products." *Food Chemistry*, Vol. 190, No. Januari, Hal. 276–284.

- Hafidz, R.M., Yaakob, C.M., Amin, I., dan A, N. (2011), "Chemical and Functional Properties of Bovine and Porcine Skin Gelatin." *ResearchGate*, Vol. 18, No. 2, Hal. 787–791.
- Hanani, Z.A.N, Roos, Y.H., dan Kerry, J.P. (2012), "Use of Beef, Pork and Fish Gelatin Sources in the Manufacture of Films and Assessment of Their Composition and Mechanical Properties." *Food Hydrocolloids*, Vol. 29, No. 1, Hal. 144–151.
- Hashim, D.M., Man, Y.B.C., Norakasha, R., Shuhaimi, M., Salmah, Y., dan Syahariza, Z.A. (2010a), "Potential Use of Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Differentiation of Bovine and Porcine Gelatins." *Food Chemistry*, Vol. 118, No. 3, Hal. 856–860.
- Hastuti, D., dan Sumpe, I.S. (2007), "Pengenalan dan Proses Pembuatan Gelatin." *MEDIAGRO*, Vol. 3, No. 1, Hal. 39–48.
- Hidaka, S., dan Liu, S.Y. (2003), "Effects of Gelatins on Calcium Phosphate Precipitation: A Possible Application for Distinguishing Bovine Bone Gelatin from Porcine Skin Gelatin." *Journal of Food Composition and Analysis*, Vol. 16, No. 4, Hal. 477–483.
- Huang, J., dan Kaner, R.B. (2006), "The Intrinsic Nanofibrillar Morphology of Polyaniline." *Chemical Communications*, Vol. 0, No. 4, Hal. 367–376.
- Hulanicki, A., Glab, S., dan Ingman, F. (1991), "Chemical Sensors: Definitions and Classification." *Pure and Applied Chemistry*, Vol. 63, No. 9, Hal. 1247–50.
- Hutapea, T.P.H., Triana, Y., dan Kurniawan, F. (2014), "Pengaruh Variasi pH Elektropolimerisasi Anilin Terhadap Konduktivitas Polianilin." *PROSIDING SEMINAR KIMIA*, Vol. April, No. 0,
- Johnston-Banks, F.A. (1990), "Gelatine." Dalam *Food Gels*, diedit oleh Peter Harris, Elsevier Applied Food Science Series, Springer Netherlands, Hal. 233–289.
- Karim, A.A., dan Bhat, R. (2009), "Fish Gelatin: Properties, Challenges, and Prospects as an Alternative to Mammalian Gelatins." *ResearchGate*, Vol. 23, No. 3, Hal. 563–576.

- Kattumuri, V. (2006), "Gold Nanoparticles for Biomedical Applications: Synthesis, Characterization, in Vitro and in Vivo" Tesis, University of Missouri--Columbia.
- Keenan, T.R. (2000a), "Gelatin." Dalam *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, Vol. 12, John Wiley & Sons, Inc.
- Khan, Y., Durrani, S.K., Mehmood, M., Jan, A., dan Abbasi, M.A. (2011), "PH-Dependant Structural and Morphology Evolution of Ni(OH)₂ Nanostructures and Their Morphology Retention upon Thermal Annealing to NiO." *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 130, No. 3, Hal. 1169–1174.
- Kraft Foods, (2017), http://kraftfoods.custhelp.com/app/answers/detail/a_id/117.
- Kurniawan, F., Tsakova, V., dan Mirsky, V.M. (2009), "Analytical Applications of Electrodes Modified by Gold Nanoparticles: Dopamine Detection." *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 9, No. 4, Hal. 2407–2412.
- Latif, U., Can, S., Hayden, O., Grillberger, P., dan Dickert, F.L. (2013), "Sauerbrey and Anti-Sauerbrey Behavioral Studies in QCM Sensors—Detection of Bioanalytes." *Sensors and Actuators B: Chemical*, Vol. 176, No. Januari, Hal. 825–830.
- Lee, C.H., dan Chin, K.B. (2016), "Effects of Pork Gelatin Levels on the Physicochemical and Textural Properties of Model Sausages at Different Fat Levels." *LWT - Food Science and Technology*, Vol. 74, No. Desember, Hal. 325–330.
- Lees, R., dan Jackson, E.B. (1973a), "Marshmallow and Nougat." Dalam *Sugar Confectionery and Chocolate Manufacture*, Springer US, Hal. 299–323.
- Lees, R., dan Jackson, E.B. (1973b), "Sugars and Related Materials." Dalam *Sugar Confectionery and Chocolate Manufacture*, Springer US, Hal. 15–46.
- Liu, D., Nikoo, M., Boran, G., Zhou, P., dan Regenstein, J.M. (2015), "Collagen and Gelatin." *Annual Review of Food Science and Technology*, Vol. 6, No. 1, Hal. 527–557.

- Mariod, Adam, A., dan Fadul, H. (2013), "Review: Gelatin, Source, Extraction and Industrial Applications." *Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria*, Vol. 12, No. 2, Hal. 135–147.
- Material Safety Data Sheet, (2013). "Aniline". sciencelab.com, Inc., Houston, Texas.
- Material Safety Data Sheet, (2013). "Nickel Oxide, Green". sciencelab.com, Inc., Houston, Texas.
- Material Safety Data Sheet, (2014). "Nickel (II) Hydroxide Nanoparticles ($Ni(OH)_2$)". US Research Nanomaterials, Inc., Houston, Texas.
- Mikrajuddin, A., dan Khairurrijal (2009), "Review: Karakterisasi Nanomaterial." *ResearchGate*, Vol. 2, No. 1,
- Mustollah, H. (2016), "Analisa Profil Protein Gelatin Sapi dan Gelatin Babi Gummy Vitamin C Menggunakan Metode SDSPAGE (Sodium Dodecyl Sulphate Poly Acrylamide Gel Electrophoresis)" Vol., Mei,
- Muyonga, J.H., Cole, C.G.B., dan Duodu, K.G. (2004), "Characterisation of Acid Soluble Collagen from Skins of Young and Adult Nile Perch (*Lates niloticus*)." *Food Chemistry*, Vol. 85, No. 1, Hal. 81–89.
- National Pollutant inventory. (2014), Nickel & compounds, Australian Government, Department of the Environment and Energy, <http://www.npi.gov.au/resource/nickel-compounds>
- Nugroho, A., dan Kurniawan, F. (2015a), "Deteksi Gelatin Babi Menggunakan Sensor Emas Termodifikasi NiO nanopartikel pada Quartz Crystal Microbalance." *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 4, No. 2, Hal. C32–34.
- Petkewich, R. (2006), "What's That Stuff? Marshmallows" *Chemical & Engineering News*, Vol. 84, No. 16, Hal. 41.
- Poppe, J. (1992), "Gelatin." Dalam *Thickening and Gelling Agents for Food*, , diedit oleh Alan Imeson, Springer US, Hal. 98–123.
- Pranoto, Y., Lee, C.M., dan Park, H.J. (2007), "Characterizations of Fish Gelatin Films Added with Gellan and κ -Carrageenan." *LWT - Food Science and Technology*, Vol. 40, No. 5, Hal. 766–774.

- Rahmawati, A., Kuswandi, B., dan Retnaningtyas, Y. (2015), “Deteksi Gelatin Babi Pada Sampel Permen Lunak Jelly Menggunakan Metode Fourier Transform Infra Red (FTIR) Dan Kemometrik (Detection of Porcine Gelatin in Jelly Soft Candy Sample Using Fourier Transform Infra Red and Chemometrics).” *Pustaka Kesehatan*, Vol. 3, No. 2, Hal. 278–283.
- Rouessac, F., dan Rouessac, A. (2013), *Chemical Analysis: Modern Instrumentation Methods and Techniques*, John Wiley & Sons,
- Sartika, D. (2009), “Pengembangan Produk Marshmallow Dari Gelatin Kulit Ikan Kakap Merah (*Lutjanus Sp.*).” Tesis, IPB (Bogor Agricultural University),
- Silva, T.H., Moreira-Silva, J., Marques, A.L.P., Domingues, A., Bayon, Y., dan Reis, R.L. (2014), “Marine Origin Collagens and Its Potential Applications.” *Marine Drugs*, Vol. 12, No. 12, Hal. 5881–5901.
- Tan, J.M., dan Lim, M.H. (2008a), “Effects of Gelatine Type and Concentration on the Shelf-Life Stability and Quality of Marshmallows.” *International Journal of Food Science & Technology*, Vol. 43, No. 9, Hal. 1699–1704.
- USGS Minerals Information (2012), “Mineral Commodity Summaries” <https://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/mcs/2012/mcs2012.pdf>.
- Venien, Annie, dan Leveux, D. (2005), “Differentiation of Gelatins Using Polyclonal Antibodies Raised against Tyrosylated Bovine and Porcine Gelatins.” *Journal of Immunoassay & Immunochemistry*, Vol. 26, No. 3, Hal. 215–229.
- Venien, A., dan Leveux, D. (2005), “Differentiation of Bovine from Porcine Gelatines Using Polyclonal Anti-Peptide Antibodies in Indirect and Competitive Indirect ELISA.” *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, Vol. 39, No. 3–4, Hal. 418–424.
- Vikraman, A.E., Rasheed, Z., Rajith, L., Lonappan, L.A., dan Krishnapillai, G.K. (2013), “MWCNT-Modified Gold Electrode Sensor for the Determination of Propyl Gallate in Vegetable Oils.” *Food Analytical Methods*, Vol. 6, No. 3, Hal. 775–780.
- Wang, J. (2004), *Analytical Electrochemistry*, John Wiley & Sons,

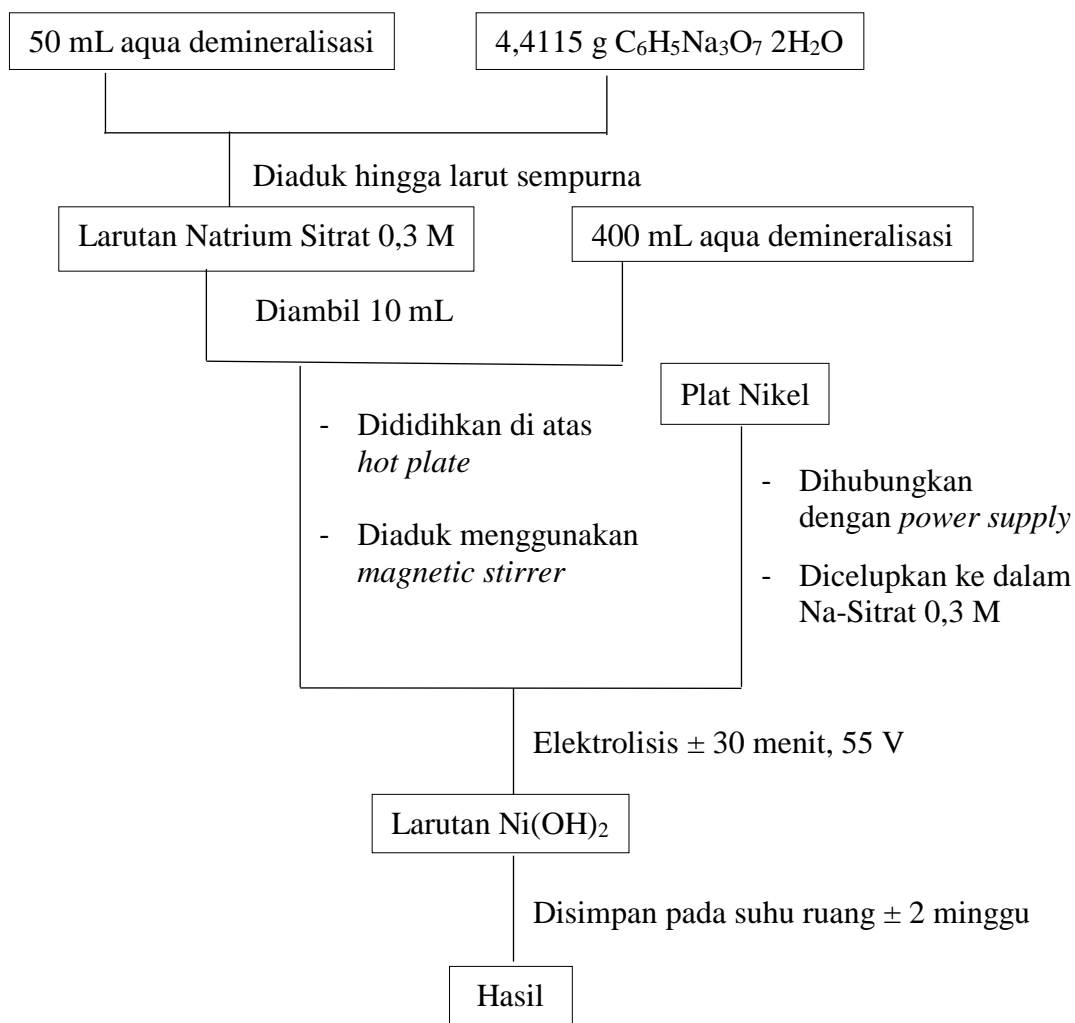
- Wolf, C., dan Lüthy, J. (2001), “Quantitative Competitive (QC) PCR for Quantification of Porcine DNA.” *Meat Science*, Vol. 57, No. 2, Hal. 161–168.
- Wong, Dominic W. S. (2017), *Mechanism and Theory in Food Chemistry, Second Edition*, Springer International Publishing.
- Yilmaz, M.T., Kesmen, Z., Baykal, B., Sagdic, O., Kulen, O., Kacar, O., Yetim, H., dan Baykal, A.T. (2013a), “A Novel Method to Differentiate Bovine and Porcine Gelatins in Food Products: NanoUPLC-ESI-Q-TOF-MSE Based Data Independent Acquisition Technique to Detect Marker Peptides in Gelatin.” *Food Chemistry*, Vol. 141, No. 3, Hal. 2450–2458.
- Yu, E.H., dan Sundmacher, K. (2007), “Enzyme Electrodes for Glucose Oxidation Prepared by Electropolymerization of Pyrrole.” *Process Safety and Environmental Protection*, Vol. 85, No. 5, Hal. 489–493.
- Zhang, G., Liu, T., Wang, Q., Chen, L., Lei, J., Luo, J., Ma, G., dan Su, Z. (2009), “Mass Spectrometric Detection of Marker Peptides in Tryptic Digests of Gelatin: A New Method to Differentiate between Bovine and Porcine Gelatin.” *Food Hydrocolloids*, Vol. 23, No. 7, Hal. 2001–2007.
- Zhang, G.-F., Liu, T., Wang, Q., Lei, J.-D., Ma, G.-H., dan Su, Z.-G. (2008), “Identification of Marker Peptides in Digested Gelatins by High Performance Liquid Chromatography/Mass Spectrometry.” *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, Vol. 36, No. 11, Hal. 1499–1504.
- Zhou, G.-T., Yao, Q.-Z., Wang, X., dan Yu, J.C. (2006), “Preparation and Characterization of Nanoplatelets of Nickel Hydroxide and Nickel Oxide.” *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 98, No. 2–3, Hal. 267–272.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

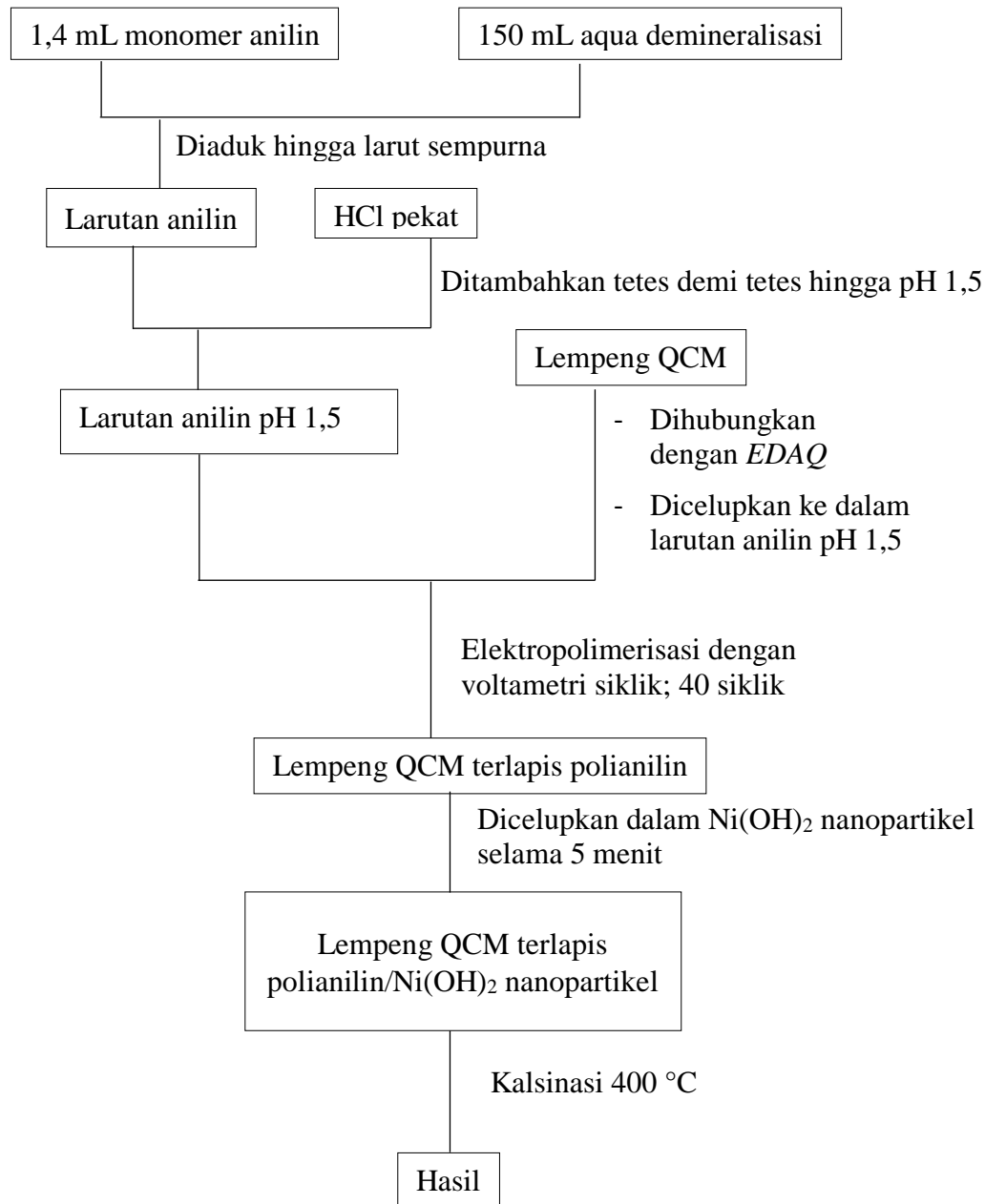
LAMPIRAN

LAMPIRAN A : SKEMA KERJA

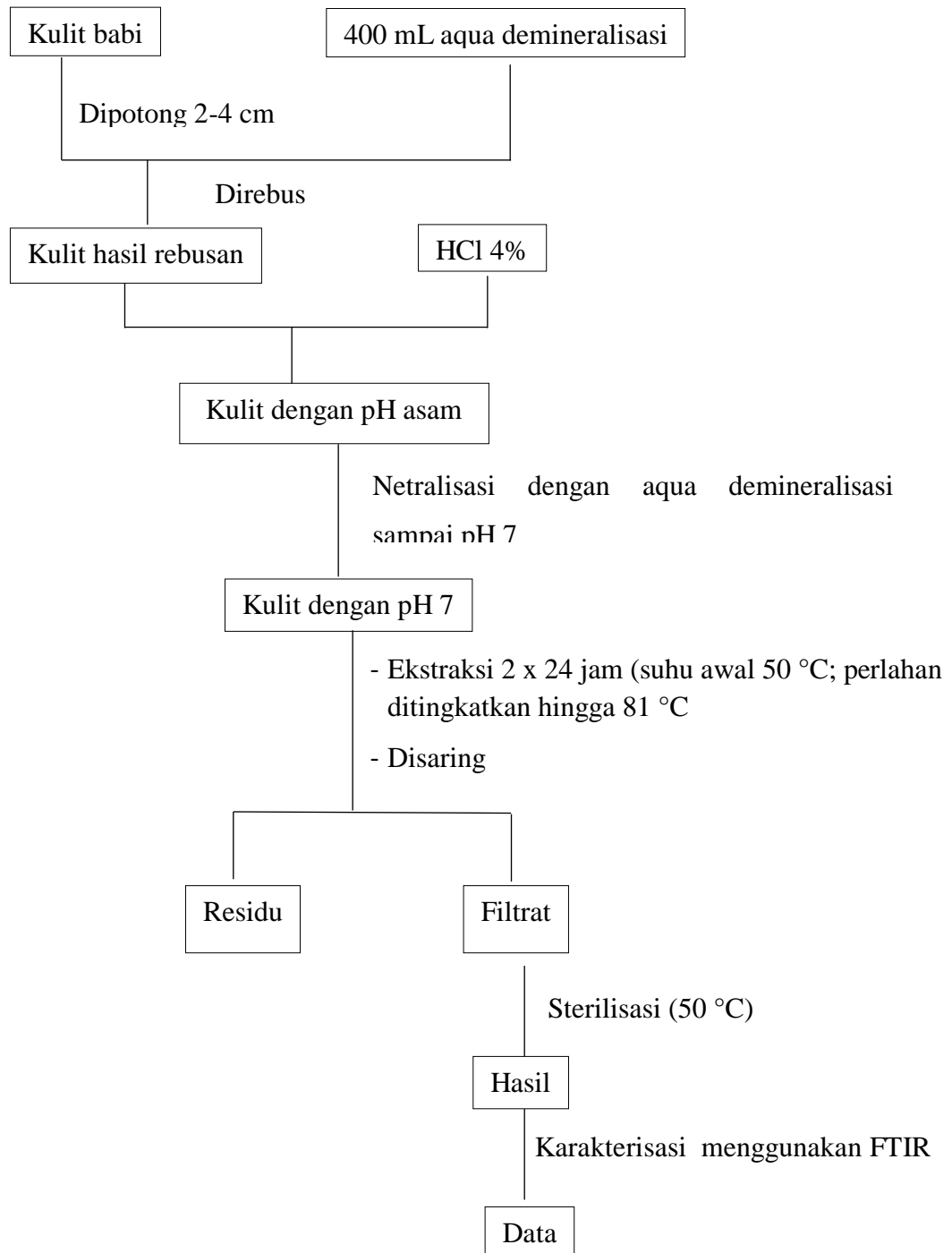
1. Sintesis $\text{Ni}(\text{OH})_2$ Nanopartikel



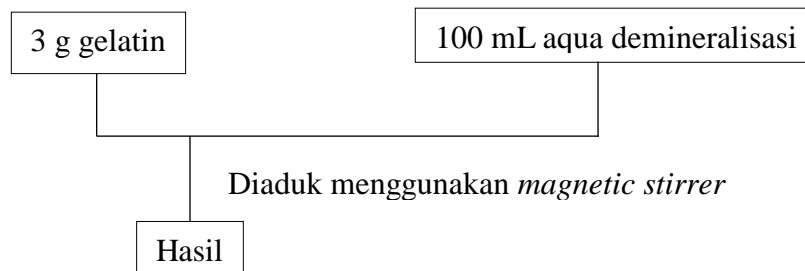
2. Pelapisan NiO nanopartikel pada QCM



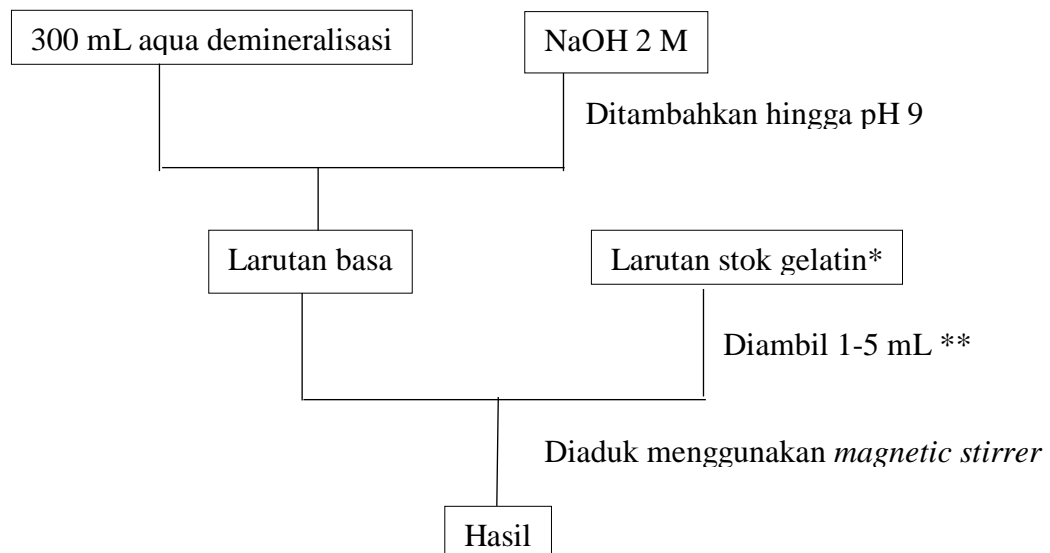
3. Ekstraksi gelatin



4. Pembuatan larutan stok gelatin 30.000 ppm



5. Pembuatan larutan gelatin pH basa



*variasi gelatin sapi dan babi

**diambil sesuai dengan lampiran B.3

LAMPIRAN B: PERHITUNGAN

1. Volume anilin

$$\begin{aligned}\text{Volume larutan anilin yang akan dibuat} &= 150 \text{ mL} \\ &= 0,15 \text{ L}\end{aligned}$$

$$M \text{ anilin} = 0,1 \text{ M}$$

$$Mr \text{ anilin} = 93,13 \text{ g/mol}$$

$$\rho \text{ anilin} = 1,0217 \text{ g/mL}$$

$$\begin{aligned}n \text{ anilin} &= M \times V \\ &= 0,1 \text{ M} \times 0,15 \text{ L} \\ &= 0,015 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}m \text{ anilin} &= n \times Mr \\ &= 0,015 \text{ mol} \times 93,13 \text{ g/mol} \\ &= 1,39695 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}V \text{ anilin} &= m / \rho \\ &= 1,39695 \text{ g} / 1,0217 \text{ g/mL} \\ &= 1,36728 \text{ mL} \\ &= 1,4 \text{ mL}\end{aligned}$$

2. Pembuatan 100 mL Larutan Stok Gelatin* 30.000 ppm

$$30000 \text{ ppm} = \frac{30000 \text{ mg gelatin}}{0,1 \text{ L aqua demineralisasi}} = \frac{3 \text{ g}}{100 \text{ mL}}$$

3. Pembuatan 300 mL Larutan Gelatin*

a. 100 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 30000 \text{ ppm} \times V_1 &= 100 \text{ ppm} \times 300 \text{ mL} \\ V_1 &= 1 \text{ mL}\end{aligned}$$

b. 200 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 30000 \text{ ppm} \times V_1 &= 200 \text{ ppm} \times 300 \text{ mL} \\ V_1 &= 2 \text{ mL}\end{aligned}$$

c. 300 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$30000 \text{ ppm} \times V_1 = 300 \text{ ppm} \times 300 \text{ mL}$$

$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

d. 400 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$30000 \text{ ppm} \times V_1 = 400 \text{ ppm} \times 300 \text{ mL}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

e. 500 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$30000 \text{ ppm} \times V_1 = 500 \text{ ppm} \times 300 \text{ mL}$$

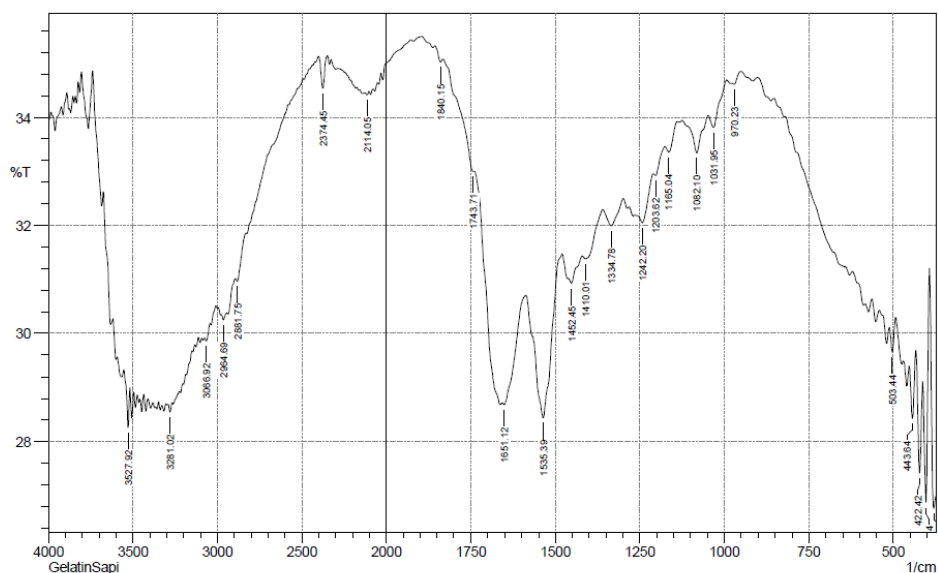
$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

*variasi gelatin sapi dan babi

LAMPIRAN C: DATA KARAKTERISASI

1. Spektra FTIR gelatin sapi

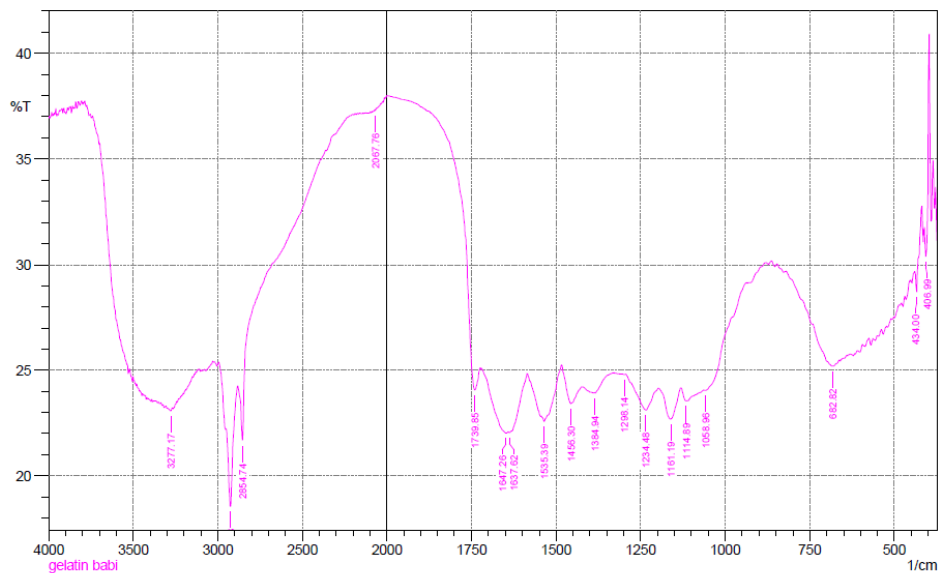
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	379.99	26.7622	1.5681	391.56	374.2	9.702	0.2925
2	403.14	26.87	3.2948	412.78	393.49	10.4941	0.4784
3	422.42	27.4123	1.8163	432.07	414.71	9.5419	0.2677
4	443.64	28.4234	1.128	453.29	434	10.3756	0.1636
5	503.44	29.6496	0.5437	511.15	493.79	9.0983	0.0722
6	970.23	34.6129	0.0923	979.87	950.94	13.2975	0.0128
7	1031.95	33.8129	0.4064	1047.38	993.37	25.1819	0.1237
8	1082.1	33.3414	0.6505	1124.54	1047.38	36.4152	0.254
9	1165.04	33.36	0.2285	1174.69	1139.97	16.4619	0.0569
10	1203.62	32.9209	0.12	1209.41	1174.69	16.6345	0.012
11	1242.2	32.0486	0.4408	1263.42	1209.41	26.4639	0.1515
12	1334.78	31.9959	0.3823	1359.86	1300.07	29.4429	0.1717
13	1410.01	31.3836	0.188	1419.66	1359.86	29.807	0.1028
14	1452.45	30.9296	0.1848	1462.09	1419.66	21.4879	0.0377
15	1535.39	28.4388	2.6364	1587.47	1479.45	56.7309	1.9198
16	1651.12	28.6844	0.1973	1656.91	1587.47	36.7047	0.0888
17	1743.71	33.0003	0.0903	1832.44	1739.85	43.2237	-0.1238
18	1840.15	35.0222	0.1383	1855.58	1832.44	10.5134	0.0176
19	2114.05	34.4142	0.0516	2125.63	2102.48	10.7157	0.0078
20	2374.45	34.5401	0.594	2399.53	2349.38	22.9457	0.1637
21	2881.75	30.9685	0.1967	2893.32	2829.67	32.046	0.0519
22	2964.69	30.2566	0.1043	2976.26	2945.4	15.9971	0.0222
23	3066.92	29.8585	0.1382	3076.56	3043.77	17.1621	0.0412
24	3281.02	28.5471	0.1535	3290.67	3267.52	12.5743	0.0273
25	3527.92	28.2597	0.8333	3553	3518.28	18.765	0.1795

2. Spektra FTIR gelatin babi

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	406.99	30.371	4.01	410.85	397.35	6.512	0.53
2	434	28.706	1.825	439.78	418.57	10.971	0.237
3	682.82	25.196	0.239	696.33	663.53	19.58	0.087
4	1058.96	24.044	0.173	1062.81	937.44	72.501	0.406
5	1114.89	23.547	0.59	1130.32	1064.74	40.887	0.367
6	1161.19	22.69	1.46	1195.91	1132.25	40.178	0.898
7	1234.48	23.114	1.281	1292.35	1197.83	58.913	1.113
8	1298.14	24.787	0.035	1325.14	1294.28	18.678	0.01
9	1384.94	23.923	0.054	1386.86	1332.86	33.013	0.014
10	1456.3	23.422	1.366	1483.31	1423.51	37.078	0.78
11	1535.39	22.579	0.578	1543.1	1485.24	36.331	0.503
12	1637.62	22.045	0.123	1639.55	1585.54	34.254	0.243
13	1647.26	22.019	0.282	1718.63	1641.48	48.995	0.455
14	1739.85	24.064	2.074	1876.8	1726.35	73.421	0.621
15	2067.76	37.301	0.059	2071.62	2061.97	4.126	0.003
16	2854.74	21.637	3.494	2879.82	2746.73	77.121	1.159
17	2924.18	18.552	4.472	2951.19	2881.75	46.503	2.515
18	3277.17	23.071	0.142	3296.46	3269.45	17.168	0.037

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Diwasasri Pradini, lahir di Surabaya pada tanggal 17 Maret 1990. Penulis adalah anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Bapak Soetadji dan Ibu Enny Heruwati Puspitaningtyas. Penulis telah menyelesaikan pendidikan formal di SD Muhammadiyah 6 Surabaya (1995-2001), SMPN 12 Surabaya (2001-2004), SMAN 16 Surabaya (2004-2007). Penulis melanjutkan pendidikan Strata-1 di

Universitas Airlangga Surabaya (2007-2011) dan mengambil jurusan kimia dengan bidang minat kimia analitik. Selanjutnya penulis meneruskan pendidikan magister di program pascasarjana kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya (2015) di bawah bimbingan Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si. Penulis dapat dihubungi melalui email: diwasasri15@mhs.chem.its.ac.id atau diwapradini@gmail.com .

“Halaman ini sengaja dikosongkan”